

16
66-

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 493 997

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 21059

(54) Procédé de fabrication d'une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). G 02 B 5/14, 1/04.

(22) Date de dépôt..... 10 novembre 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : Japon, 11 novembre 1980, n° 157.599/1979, 14 novembre 1980,
n° 159.599/1980, et 19 octobre 1981, n° 166.591/1981.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 19 du 14-5-1982.

(71) Déposant : Société dite : NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE PUBLIC CORPORATION, rési-
dant au Japon.

(72) Invention de : Toshikuni Kaino, Michiya Fujiki, Shigeo Nara et Shigeru Oikawa.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à un procédé de fabrication de fibres optiques en matière plastique à faibles pertes consistant en un coeur en un polymère qui est préparé à partir de méthacrylate de méthyle comme
5 composant principal et en une gaine en un composé macromoléculaire synthétique ayant un indice de réfraction plus faible que celui du coeur.

Jusqu'à maintenant, on sait bien fabriquer une fibre optique en matière plastique ayant une structure concentrique coeur-gaine, consistant en un composant de coeur fait en un composé macromoléculaire synthétique ayant une excellente transparence, représenté par le polystyrène ou le polyméthyl méthacrylate et un composant de gaine en un autre composé macromoléculaire synthétique
15 ayant un indice de réfraction plus faible que celui du composant du coeur. Comme on le sait également bien, la lumière incidente introduite à une extrémité d'une fibre optique telle qu'indiquée ci-dessus est totalement réfléchie à l'intérieur de la fibre le long de sa direction longitudinale pour effectuer la transmission de la lumière. La chose à prendre en considération pour fabriquer une telle sorte de fibre optique en matière plastique est qu'il faut diminuer le facteur augmentant l'atténuation de la lumière du fait de l'absorption ou
20 de la dispersion de la lumière dans le cas de la transmission d'une telle lumière à l'intérieur de la fibre. Une fibre optique en matière plastique faite en composés macromoléculaires synthétiques présente des avantages tels qu'un poids plus faible et une flexibilité supérieure, en plus de permettre facilement d'augmenter les ouvertures numériques par rapport à celles d'une fibre optique fabriquée en un verre inorganique que l'on connaissait jusqu'à maintenant. Au contraire, de telles fibres optiques en matière plastique présentent l'inconvénient que le
30 degré d'atténuation de la lumière transmise à l'intérieur de la fibre est remarquable par rapport à une fibre optique en verre inorganique traditionnelle. De ce point de vue,

la présente invention se dirige vers la réduction du degré d'atténuation de la lumière dans une fibre optique en matière plastique produite à partir de composés macromoléculaires.

- 5 Une telle fibre optique en matière plastique se compose d'un polymère pour la partie de coeur et d'un autre polymère, ayant un indice de réfraction inférieur à celui du premier, pour la partie de gaine. Dans la fabrication traditionnelle de fibres optiques en matière plastique,
- 10 on a employé, pour le matériau du coeur, un polymère transparent tel que du polystyrène, du polyméthyl méthacrylate ou analogue, tandis que l'on employait un autre polymère ayant un indice de réfraction plus faible que celui du polymère transparent, plus particulièrement du
- 15 polyméthyl méthacrylate ou analogue, dans le cas où le polystyrène est adopté comme matériau du coeur, et un polymère de fluor dans le cas où du polyméthyl méthacrylate est adopté comme matériau du coeur. La fabrication d'une fibre optique en matière plastique est effectuée par
- 20 moulage par double extrusion où une gaine est appliquée sur le pourtour externe d'une fibre formant coeur afin de former une couche de revêtement pour la fibre formant coeur en même temps que la formation de la fibre formant coeur à partir de matériau du coeur (un tel procédé étant
- 25 appelé ci-après "processus de filage double"), ou selon un processus de revêtement où une fibre formant coeur précédemment formée, est enduite d'une gaine pour couvrir le pourtour externe de la fibre formant coeur.

- Une fibre optique en matière plastique a un plus grand
- 30 diamètre, une plus grande ouverture numérique et une flexibilité très supérieure à ceux d'une telle fibre optique où du verre inorganique est utilisé comme matériau du coeur et en conséquence, la fibre optique en matière plastique présente l'avantage que l'efficacité de couplage par rapport
- 35 à la source de lumière est considérablement élevée, ainsi la jonction entre les fibres devient très facile, mais elle présente par contre l'inconvénient d'avoir des pertes

importantes de transmission.

Les pertes de transmission d'une fibre optique en matière plastique dont on dispose actuellement sur le marché sont de l'ordre de 300 dB/km, même si la bande des longueurs d'ondes la plus favorable est choisie (à une longueur d'onde de 570 nm ou 650 nm), il est donc souhaitable d'abaisser les pertes de transmission d'une telle fibre optique en matière plastique. Dans ces circonstances, les présents inventeurs ont étudié une série d'étapes à partir de la préparation des matériaux du coeur et de la gaine jusqu'à la formation de la fibre du coeur dans un procédé traditionnel de fabrication afin de trouver une cause accompagnant ces fortes pertes de transmission dans une fibre optique en matière plastique traditionnelle, et ils sont arrivés à la conclusion qui suit.

En effet, dans un procédé traditionnel de fabrication d'une fibre optique en matière plastique, les matériaux du coeur et de la gaine sont généralement synthétisés selon un procédé de polymérisation en suspension, et les polymères ainsi synthétisés sont amenés à un dispositif de fabrication d'une telle fibre optique en matière plastique. Il est généralement reconnu qu'un procédé de polymérisation en suspension est un procédé par lequel on peut obtenir un polymère de haute pureté, comme procédé industriel pour la synthèse d'un composé macromoléculaire, mais ce procédé présente l'inconvénient que, du fait que la polymérisation en suspension nécessite une quantité importante d'eau, le polymère résultant est facilement contaminé de matières étrangères optiques contenues dans cette eau. Par ailleurs, il y a également un inconvénient parce que la possibilité de la contamination du polymère par les matériaux étrangers optiques est très remarquable dans le cours de l'étape de déshydratation.

De plus, une étape de mise en forme de boulette ou de pré-mise en forme du polymère résultant est requise pour mettre en forme ou filer le polymère à l'état fondu.

En outre, il y a également à craindre que le polymère soit contaminé de matières optiques étrangères au cours de l'étape de mise en forme de boulette pour le polymère ou d'une étape d'alimentation d'un tel polymère en forme de boulette vers un dispositif de fabrication de fibres, ou que le polymère soit oxydé par l'air, parce que le dispositif de préparation du polymère est séparé du dispositif de fabrication des fibres dans la plupart des cas. Par conséquent, on peut considérer que l'inconvénient des fortes pertes de transmission dans une fibre optique en matière plastique traditionnelle telle que ci-dessus mentionnée peut être résolu, si de tels obstacles sont surmontés.

Comme procédé pour améliorer les caractéristiques de transmission optique de fibres optiques en matière plastique, on a proposé un procédé de fabrication où la teneur en biacétyle dans le méthacrylate de méthyle est réduite, les ions des métaux de transition sont réduits et de plus d'autres matières particulières sont retirées par leur filtration, afin d'obtenir ainsi une fibre optique en matière plastique améliorée (voir brevet US No. 4 161 500 et publication du brevet Japonais avant examen No. 65 555/1979 qui lui correspond), ou un procédé de fabrication où un composant du coeur est soumis à une polymérisation en masse et ensuite, la séparation des matériaux volatils contenant un monomère résiduel n'ayant pas réagi comme constituant principal dans le polymère est effectuée, afin de préparer ainsi une fibre optique en matière plastique améliorée (voir publication des brevets Japonais avant examen Nos 84 046/1975 et 83 047/1975 ainsi que le brevet US No. 3 993 834. qui leur correspond).

En connexion avec ces procédés, il est révélé, dans le brevet US No. 4 161 500, que l'atténuation de la lumière accompagnant l'existence de matières particulières peut être améliorée sur la base d'un fait tel qu'un monomère vinylique ne contient sensiblement pas de matières particulières, c'est-à-dire de préférence qu'un tel

monomère vinylique ne contient de préférence que $100/\text{mm}^3$ ou moins de matières particulaires. Selon la connaissance des présents inventeurs, cependant, même s'il existe dans un tel monomère, de l'ordre de $10/\text{mm}^3$ de matières particulaires, l'atténuation de la lumière est importante et même l'existence de $2/\text{mm}^3$ de matières particulaires dans le monomère n'est pas suffisante pour obtenir une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes. En effet, l'existence de $100/\text{mm}^3$ de matières particulaires signifie l'existence d'environ 20 000 matières particulaires pour 1 mètre de longueur de fibre dans le cas, par exemple, d'une fibre optique en matière plastique ayant 0,5 mm de diamètre. En conséquence, si une matière particulaire amène environ une perte de 1/1000 dB/m, cela forme une perte de 20 dB/m dans une fibre de 1 mètre de long. Comme on l'a décrit ci-dessus, on a pu confirmer que l'existence d'environ $10/\text{mm}^3$ de matières particulaires provoquait une perte importante de transmission optique, et donc même l'existence de $2/\text{mm}^3$ de matières particulaires dans un monomère n'est pas suffisante pour fabriquer une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes.

Dans le procédé selon le brevet US No. 4 161 500 où des monomères sont polymérisés dans un système étanche, l'enlèvement de la poussière ou des impuretés et autres incorporés au moment de l'addition d'un initiateur de polymérisation et d'un agent de transfert de chaîne, dans les monomères, est tenté en utilisant un filtre ayant un diamètre d'ouverture de l'ordre de 0,2 - 1 μ à l'étape suivante, mais de telles matières particulaires restent encore considérablement dans les monomères, et il existe nettement environ $2/\text{mm}^3$ de matières particulaires malgré l'expression indiquant qu'il ne reste sensiblement pas de matières particulaires. Par ailleurs, la contamination d'un article en granulés par la poussière ou analogue ne peut être évitée également dans le cas où un matériau

d'extrusion est polymérisé dans un système obturé, et que l'article résultant en granulés est sorti et transféré à un dispositif de filage. Pour cette raison, la quantité d'atténuation de la fibre optique en matière plastique
5 fabriquée selon ce procédé est simplement une valeur de l'ordre de 300 dB/km (à une longueur d'onde de 656 nm).

Par ailleurs, dans le brevet US No. 4 161 500 qui indique que la quantité des impuretés, en particulier des ions d'impuretés tels que des ions de métaux de transition ou
10 analogues dans le polymère doit être de 500 ppb ou moins, de préférence de 100 ppb ou moins, s'il existe 10 ppb de l'ion cobalt, cela provoque une augmentation considérable des pertes comme 50 dB/km à une longueur d'onde de 630 nm, ou s'il existe 100 ppb d'ion nickel, cela provoque une
15 augmentation plus importante des pertes comme 33 dB/km à une longueur d'onde de 850 nm.

Par ailleurs, également dans un procédé de polymérisation continu en masse (voir publication de brevet Japonais avant examen Nos 83 046/1975 et 83 047/1975 ou
20 le brevet US No. 3 993 834), les procédés pour la purification d'un monomère ainsi que l'addition d'un initiateur de polymérisation et d'un agent de transfert de chaîne (modificateur du poids moléculaire) dans le monomère ne sont pas adaptés, et donc la contamination du monomère par
25 la poussière ou les impuretés ne peut être évitée. Bien qu'un tel processus permette de diminuer la perte par dispersion due aux matières particulaires ou la perte par absorption due aux impuretés jusqu'à un certain point, la valeur minimale de la quantité d'atténuation n'est
30 qu'une valeur de l'ordre de 300 dB/km (à une longueur d'onde de 656 nm).

D'une part, en ce qui concerne le polymère du composant de la gaine, comme la lumière se transmettant à travers une fibre du coeur est transmise tout en étant totalement
35 réfléchie sur la surface limite coeur-gaine, si la lumière est absorbée ou dispersée par le composant de gaine dans la surface limite ci-dessus, la perméabilité d la fibre

optique est remarquablement réduite. En particulier, si le composant de gaine présente une certaine cristallin-sabilité et une certaine opacité, la dispersion de la lumière est remarquable et de plus, même dans le cas d'un
5 tel composant de gaine ou des microvides ou micropores sont produits à la surface limite, la dispersion de la lumière est remarquable. Comme polymères pour le composant de gaine, on connaît traditionnellement un copolymère de fluorure de vinylidène et de tétrafluoroéthylène (voir
10 brevet US No. 3 930 103 ou publication du brevet Japonais No. 21 660/1978 qui lui correspond) ou un polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle (voir brevet Britannique No. 1 037 498 ou publication du brevet Japonais
15 No. 8 978/1968 qui lui correspond) et autres. Dans ce cas, comme il reste une certaine cristallin-sabilité dans le copolymère de fluorure de vinylidène et de tétra-fluoroéthylène, cela a pour résultat un abaissement de la perméabilité optique due à la dispersion de la lumière dans la surface limite coeur-gaine. Par ailleurs, bien
20 qu'un polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle ne soit pas cristallin, le polymère présente des inconvénients parce qu'un tel polymère contenant des groupes fluoro-alcoyles ayant une adhérence suffisante à une fibre de coeur, présente un faible point d'amollissement, et
25 parce que le polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle contenant des groupes fluoroalcoyles ayant un point d'amollissement relativement élevé ne présente nécessairement pas une excellente adhérence à la fibre du coeur. En outre, cela pose un problème parce que des vides ou
30 pores restent à la surface limite coeur-gaine, parce que la condition de polymérisation pour un tel méthacrylate de fluoroalcoyle n'est pas appropriée. Dans le cas où il y a une adhérence inférieure entre le polymère de la gaine et la fibre du coeur, ou bien s'il reste des vides
35 dans la surface limite coeur-gaine, la dispersion de la lumière dans la surface limite augmente, tandis que la perméabilité optique diminue remarquablement.

Afin de remédier à ces inconvénients, un procédé où un composé polymérisable insaturé est copolymérisé en tant que troisième composant, avec le copolymère de fluorure de vinylidène et de tétrafluoroéthylène dans une certaine gamme, ce qui permet d'améliorer la faible cristallisabilité, la transparence, l'adhérence au composant du coeur et analogue du copolymère fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène, a été proposé (demande de brevet au Japon avant examen No. 80 758/1979). Par ailleurs, un procédé où la structure du groupe fluoroalcoyle dans le polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle est modifiée pour améliorer le point d'amollissement du polymère a été proposé (voir publications de brevets Japonais Nos. 8 321/1981, 8 332/1981 et 8 323/1981). Parmi ces procédés, un procédé où le copolymère ternaire est employé (publication Japonaise No. 80 758/1979) présente un problème parce que la cristallisabilité reste toujours, on ne peut donc obtenir un polymère transparent, et le procédé où la structure du groupe fluoroalcoyle est modifiée (voir publications Japonaises Nos. 8 321/1981, 8 322/1981 et 8 323/1981) est également accompagné d'un problème parce qu'un tel polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle ayant un fort point d'amollissement avec une excellente adhérence ne peut être obtenu. Pour les raisons ci-dessus décrites, les fibres optiques en matière plastique fabriquées selon les procédés ci-dessus présentent simplement une valeur de l'ordre de 78% de transmittance blanche pour 50 cm d'une fibre optique par rapport aux caractéristiques de transmission optique .

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'une fibre optique en matière plastique à faibles pertes, ayant une structure coeur-gaine présentant des caractéristiques très excellentes de transmission optique, dans la région de la lumière visible.

Selon les études des présents inventeurs, il est devenu clair que le facteur pour les pertes de transmission optiques de fibres optiques en matière plastique était

dérivé de la dispersion de la lumière accompagnée de l'influence des impuretés, de la poussière ou des microvides ou micropores contenus dans un composé synthétique de poids macromoléculaire.

5 Par conséquent, la présente invention a pour autre objet un procédé de fabrication d'une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes de transmission où la contamination d'un monomère ou d'un polymère par les impuretés ou la poussière est supprimée à partir d'une
10 étape d'introduction des matières premières jusqu'à une étape de filage de la fibre du coeur sur les bases des études ci-dessus des présents inventeurs.

Dans la fabrication de fibres optiques en matière plastique en utilisant un polymère préparé à partir de
15 méthacrylate de méthyle comme constituant principal pour le coeur, et en formant une gaine en un composé macromoléculaire synthétique ayant un indice de réfraction plus faible que celui du coeur, tout autour, le procédé de fabrication de fibres optiques en matière plastique ayant
20 de faibles pertes selon l'invention, est caractérisé en ce qu'un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne sont ajoutés par l'intermédiaire d'une étape de distillation des deux ingrédients dans un monomère de méthacrylate de méthyle distillé à une condition de pression
25 réduite dans un système obturé ou étanche, et ensuite le monomère est polymérisé tout en maintenant la condition de pression réduite, et ensuite le polymère résultant du coeur est soumis à un filage à l'état fondu tout en maintenant le système obturé ou étanche.

30 Dans ce cas, la condition de pression réduite ci-dessus peut être obtenue dans une condition où il n'existe sensiblement pas d'oxygène, mais il faut noter qu'une telle condition de pression réduite peut bien entendu être obtenue par d'autres procédés traditionnels.

35 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne sont ajoutés à un monomère de méthacrylate de

méthyle de façon que le nombre de poussières dans le monomère ci-dessus soit de 20 ou moins pour 10 cm de la longueur du trajet de lumière, c'est-à-dire environ 1 ou moins pour 1 mm³ en tout emplacement dans le monomère ci-dessus, quand un tel monomère est observé en l'irradiant au moyen d'un laser He-Ne à une longueur d'onde, par exemple, de 632,8 nm, le monomère de méthacrylate de méthyle auquel ont été ajoutés l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne est soumis à une polymérisation en masse à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère de méthacrylate de méthyle pour obtenir un polymère dans un système étanche de façon que chaque teneur en ions de métaux de transition dans le polymère ci-dessus soit de 50 ppb ou moins en fer et manganèse, 10 ppb ou moins en cuivre et nickel, 5 ppb ou moins en chrome ou 2 ppb ou moins en cobalt, le polymère est soumis à un filage à l'état fondu à une température où des vides ne se produisent pas, pour former une fibre de coeur et une gaine en un composé macromoléculaire synthétique et sensiblement amorphe ayant un indice de réfraction inférieur à celui de la fibre du coeur est formée autour.

Selon un autre procédé de l'invention, un monomère principal formant le coeur, un sous-monomère formant le coeur, un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne sont amenés par une étape de distillation atmosphérique ou de distillation à pression réduite (le terme est employé ici comme synonyme de "distillation sous vide") de tous ces ingrédients à un récipient de polymérisation où une polymérisation en masse peut être effectuée à une condition de pression réduite dans un système totalement obturé ou étanche, et les monomères ainsi distillés sont soumis à une polymérisation en masse dans le récipient de polymérisation pour préparer un polymère formant le coeur. Par ailleurs, on comprendra que les divers matériaux macromoléculaires ci-dessus peuvent être distillés séparément les uns des autres, ou peuvent

être distillés dans une condition où au moins deux types des matériaux sont mélangés l'un à l'autre.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, caractéristiques, détails et avantages de celle-ci
5 apparaîtront plus clairement au cours de la description explicative qui va suivre faite en référence aux dessins schématiques annexés donnés uniquement à titre d'exemple illustrant plusieurs modes de réalisation de l'invention, et dans lesquels :

10 - la figure 1 est une représentation graphique illustrant les résultats mesurés des caractéristiques de transmission optique dans la région de la lumière visible d'une fibre optique tout en matière plastique, ayant une faible atténuation, fabriquée selon un procédé traditionnel, la longueur d'onde étant indiquée sur l'axe des
15 abscisses et la perte de transmission sur l'axe des ordonnées ;

- la figure 2 est un schéma d'un exemple de la construction d'un dispositif pour fabriquer une fibre
20 optique en matière plastique ayant de faibles pertes selon la présente invention ;

- la figure 3 est une représentation graphique illustrant les caractéristiques de transmission de la fibre optique en matière plastique fabriquée selon l'exemple 1
25 de la présente invention ;

- la figure 4 est une représentation graphique illustrant les caractéristiques de transmission de la fibre optique en matière plastique fabriquée selon l'exemple 3
de la présente invention ;

30 - la figure 5 est un schéma montrant la construction d'une partie pour amener des additifs dans un dispositif traditionnel de fabrication utilisé dans une expérience de comparaison à la présente invention ;

- la figure 6 est une représentation graphique
35 illustrant les caractéristiques de transmission de la fibre optique en matière plastique fabriquée au moyen du dispositif de la figure 5 ;

- la figure 7 est un schéma montrant un exemple d'un moyen pour enduire un composant de gaine utilisé dans la présente invention ;

5 - la figure 8 est une vue en coupe montrant une fibre optique en matière plastique ayant une structure coeur-gaine ;

10 - la figure 9 est une représentation graphique illustrant les résultats mesurés des caractéristiques de transmission optique dans la région de la lumière visible, de la fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes se composant du polyméthyl méthacrylate préparé selon l'exemple 4 de l'invention, comme composant du coeur et un copolymère de 70 moles % 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et 30 moles % 1H, 1H, 3H-tétrafluoropropyl méthacrylate comme composant de gaine ;

15 - la figure 10 est une représentation graphique illustrant des résultats mesurés des caractéristiques de transmission optique dans la région de la lumière visible de la fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes se composant du copolymère de 90% en moles de méthacrylate de méthyle et de 10% en moles d'acrylate d'éthyle, préparé selon l'exemple 5 de l'invention, comme composant du coeur et d'une composition uniforme et transparente préparée en ajoutant 25% en poids d'un polymère de 1H, 1H, 3H-tétrafluoropropyl méthacrylate à 75% en poids d'un copolymère de 85% en moles de fluorure de vinylidène et 15% en moles de tétrafluoroéthylène, et en fondant et en mélangeant l'un avec l'autre comme composant de gaine ;

25 - la figure 11 est une représentation graphique illustrant les résultats mesurés des caractéristiques de transmission optique dans la région de la lumière visible, de la fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes se composant du polyméthyl méthacrylate préparé selon l'exemple 8 de l'invention comme composant du coeur ; et

35 - la figure 12 est une représentation graphique illustrant les résultats mesurés des caractéristiques de

transmission optique dans la région de la lumière visible, de la fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes comprenant le copolymère de méthacrylate de méthyle et de styrène préparé selon l'exemple 10 de l'invention, comme composant du coeur.

La figure 1 est une représentation graphique illustrant les caractéristiques de transmission optique d'une fibre optique tout en matière plastique, ayant une faible atténuation, se composant d'un coeur fait en polyméthyl-méthacrylate et d'une gaine en un copolymère de résine de fluor, fabriquées selon un procédé traditionnel. Dans ce cas, cependant, on obtient simplement, comme valeur minimale de l'atténuation, respectivement, des valeurs telles que 350 dB/km à la longueur d'onde de 650 nm, de 330 dB/km à 570 nm et de 400 dB/km à 530 nm, et en particulier du côté des courtes longueurs d'ondes, l'augmentation de la perte due à la dispersion est remarquable.

Selon la connaissance des présents inventeurs, il est devenu clair que la perte par absorption en se basant sur les harmoniques élevés de l'absorption des vibrations infrarouges dans une liaison carbone-hydrogène d'une fibre optique en matière plastique comprenant un coeur en polyméthyl méthacrylate est inférieure à 10 dB/km à une longueur d'onde de 580 nm ou moins. En effet, le facteur majeur d'une perte considérable du côté des courtes longueurs d'ondes de la figure 1 est dû à la perte par dispersion et en conséquence, il est devenu possible de fabriquer une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes soit en réduisant ou en éliminant les impuretés, la poussière ou les microvides ou micropores dans la molécule du polymère synthétique, provoquant la perte par dispersion selon tout processus efficace.

De ce point de vue, tous les matériaux à employer dans la présente invention sont distillés et purifiés, et toutes les étapes, c'est-à-dire jusqu'à l'étape de filage, sont effectuées continuellement dans un système obturé, afin d'empêcher ainsi la contamination du produit

final au moyen de poussières ou d'impuretés, pour
atteindre la réalisation d'une fibre optique en matière
plastique ayant de faibles pertes. Selon la présente
invention, les monomères pour le matériau du coeur, l'ini-
5 tiateur de polymérisation et l'agent de transfert de
chaîne sont distillés et purifiés en condition obturée ou
étanche, ensuite un récipient de polymérisation est chargé
des matériaux ainsi distillés et la polymérisation est
effectuée en chauffant ces matériaux sous pression réduite.
10 Le polymère résultant, qui est maintenu à la condition
obturée tandis qu'il est au repos, et dont la température
n'est pas abaissée à la température de transition vitreuse
ou moins, est continuellement amené à un dispositif de
filage pour filer le polymère afin d'obtenir par suite
15 une fibre.

Dans la présente invention, un composant du coeur de
la fibre optique peut être un polymère qui est préparé
par polymérisation en vrac du monomère de méthacrylate de
méthyle à une température supérieure à sa température de
20 transition vitreuse en utilisant un initiateur de poly-
mérisation radicalaire présentant une activité favorable
à une température supérieure à la température de transition
vitreuse du polymère de méthacrylate de méthyle, par
exemple le polymère contenant au moins 50% en moles d'une
25 unité de méthacrylate de méthyle. Afin d'empêcher la
contamination d'un tel polymère du coeur indiqué ci-dessus
par une substance particulière telle que de la poussière
ou analogue, il est insuffisant de simplement distiller
le monomère. En effet, le simple usage d'un filtre ayant
30 un diamètre d'ouverture de l'ordre de $0,1 \mu$ dans le cas où
l'on ajoute un initiateur de polymérisation ou un agent
de transfert de chaîne (c'est-à-dire modificateur de poids
moléculaire) dans le monomère distillé et purifié,
provoque toujours une contamination par de nombreuses
35 poussières minuscules, et cela donne une dispersion de la
lumière. Par conséquent, dans la présente invention, un
initiateur de polymérisation et un agent de transfert de

chaîne sont distillés dans un dispositif de polymérisation d'un système obturé ou étanche dans une condition de pression réduite, et l'addition est effectuée de façon que seule leur fraction soit incorporée dans le monomère.

- 5 Par suite, il devient possible que la contamination au moyen de poussières minuscules soit remarquablement supprimée, on peut donc d'autant réduire la perte due à la dispersion de la lumière. En conséquence, la poussière dans le monomère où ont été ajoutés un initiateur de
- 10 polymérisation et un agent de transfert de chaîne peut être réduite au point que le nombre de poussières soit de 1/100 en comparaison à celui obtenu dans une méthode traditionnelle en tout point dans le dispositif, par exemple quand le monomère est irradié au moyen d'un laser
- 15 He-Ne ayant une longueur d'onde de 632,8 nm (le diamètre du faisceau lumineux étant de l'ordre de 0,5 mm) pour son observation. Plus particulièrement, un tel nombre de poussières peut être réduit à 0,02-20 ou moins pour 10 cm du trajet optique (les tâches ou points de lumière à
- 20 observer étant de 0,02-20 ou moins), c'est-à-dire 1-1000 pour 1 cm³ (1 ou moins dans la plupart des cas), en d'autres termes, la concentration de la poussière peut être diminuée sensiblement à 1 ou moins pour 1 mm³ du monomère, et est également facile de maintenir une poussière
- 25 pour 1 cm³ du monomère. Etant donné ce qui précède, il est préférable que les initiateurs de polymérisation utilisés ~~ici soient~~ ceux pouvant facilement être distillés sous pression réduite. On peut citer comme exemples d'un tel initiateur de polymérisation, des peroxydes organiques
- 30 comme le di-tert-butyl peroxyde, le peroxyde de dicumyle, l'hydropéroxyde de cumène et analogues, ou des composés azo comme l'azo-tert-butane, l'azobis-isopropyle et analogues.

- Par ailleurs, il est souhaitable qu'une queue d'absorption comme l'absorption de transition des électrons
- 35 ou analogue d'un initiateur de polymérisation dans la région de la lumière ultraviolette n'affecte pas la région de la lumière visible afin d'obtenir une fibre optique en matière

plastique ayant de faibles pertes dans la région de la lumière visible. Parmi ces initiateurs de polymérisation, leurs exemples spécifiques présentant une activité favorable à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère de méthacrylate de méthyle comprennent les composés alkylazo comme l'azo-tert-butane, l'azo-n-butane, l'azo-iso-propane, l'azo-n-propane, l'azo-cyclohexanone et analogue, et en particulier l'azo-tert-butane. Des initiateurs de polymérisation autres que des composés azo, par exemple des initiateurs de polymérisation radicalaire comme le di-tert-butyl-péroxyde, le peroxyde de dicumyle, le peroxyde de méthyl éthyl cétone et analogues ont une absorption assez forte dans la région de la lumière ultraviolette et en conséquence, la queue de l'absorption affecte la région de la lumière visible. Par ailleurs, les initiateurs de polymérisation radicalaire de la série azo autres que les composés alkylazo, comme 2,2'-bis-azobisisobutyronitrile, azo-biscyclohexane carbonitrile et analogues, ont une influence comparativement faible sur la région de la lumière visible de l'absorption ultraviolette, mais leur température active préférable est comprise entre 60 et 70°C et en conséquence, la polymérisation doit être effectuée à une température bien plus faible que la température de transition vitreuse du polymère de méthacrylate de méthyle dans ce cas.

Il est également préférable que l'agent de transfert de chaîne employé dans la présente invention soit celui qui peut facilement être distillé sous pression réduite. Pour un tel agent de transfert de chaîne, les mercaptans sont appropriés, et on peut en citer comme exemples spécifiés, un mercaptan primaire comme n-butyl-, n-propyl-mercaptan ou analogue, un mercaptan secondaire comme sec-butyl-, isopropyl-mercaptan ou analogue, et un mercaptan tertiaire comme tert-butyl-, tert-hexyl-mercaptan ou analogue, ou bien des mercaptans aromatiques comme le phényl-mercaptan et analogues

Dans la présente invention, un copolymère contenant au moins 50% en moles d'unité de méthacrylate de méthyle peut être utilisé comme composant du coeur autre que l'homopolymère de méthacrylate de méthyle ci-dessus mentionné. On peut citer comme exemples du composant du copolymère, des esters acryliques comme l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de propyle, l'acrylate de butyle et analogues, des esters méthacryliques comme le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate de propyle, le méthacrylate de butyle et analogues ou du styrène et autres. Dans ce cas, comme chaque point d'ébullition de ces composants est compris entre 80 et 160°C sous des pressions normales, un tel composant peut facilement être distillé comme dans le cas du méthacrylate de méthyle, un tel composant peut donc être ajouté au monomère de méthacrylate de méthyle par la distillation. En conséquence, la teneur en impuretés ou poussières peut être remarquablement diminuée également dans le cas où l'on adopte un tel composant, ainsi on peut fabriquer des fibres optiques en matière plastique contenant un copolymère ayant une faible dispersion de la lumière, pour le coeur. Afin de diminuer la dispersion de la lumière due aux fluctuations de concentration accompagnant la présence d'un polymère à deux composants, il est préférable que la composition du copolymère soit préparée sous la forme d'une composition azéotrope et si le copolymère est un copolymère contenant au moins 90% en moles, de préférence au moins 95% en moles de méthacrylate de méthyle, la fluidité du copolymère dans le cas d'un filage à l'état fondu est améliorée, on peut donc obtenir ainsi d'excellentes caractéristiques de transmission optique.

Dans la présente invention, l'utilisation d'une polymérisation en suspension, d'une polymérisation en émulsion, d'une polymérisation en solution et polymérisation analogue n'est pas souhaitable dans le cas où l'on polymérise le composant du coeur. Cela est dû au fait que, bien que l'on obtienne un polymère de haute dureté selon un procédé industriel dans une polymérisation en

émulsion ou en suspension, comme on emploie une grande quantité d'eau dans ce cas, il y a à craindre une contamination du polymère par les matières étrangères dans l'eau, et en outre il y a également à craindre une
5 contamination par les matières étrangères dans l'étape de déshydratation. De même, dans une polymérisation en solution, comme on utilise une solution, il y a à craindre une contamination du polymère par des impuretés ou matières étrangères dans la solution, et il y a de plus
10 à craindre que le polymère soit contaminé de ces matières étrangères dans le cas de son isolement.

Pour ces raisons, un polymère du composant du coeur selon l'invention est produit au moyen d'une polymérisation en masse. Dans le cas d'une telle polymérisation en masse,
15 si la température de polymérisation est ajustée à celle qui est supérieure à la température de transition vitreuse du polymère produit, la présence de tensions internes du polymères au moment de son chauffage à une haute température, ou de microvides ou de micropores dans le polymère
20 au moment de son filage dans le cas où le polymère du coeur est soumis à un filage à l'état fondu suivi de la formation du polymère peut être efficacement supprimée, ainsi la présence des pertes dues à une dispersion de la lumière à l'intérieur de la fibre optique fabriquée peut être
25 remarquablement réduite. On préfère une température de polymérisation entre 100 et 180°C mais il faut que la température soit graduellement élevée aux valeurs élevées de façon que la conversion en polymère soit d'au moins 98%, et de préférence de 99% ou plus. Au contraire, si
30 la température n'est pas graduellement élevée jusqu'à des valeurs élevées, mais que le monomère est instantanément polymérisé à des températures élevées par augmentation rapide de cette température, la réaction de polymérisation s'échappe par effet de gel, et cela est la cause de la
35 production de vides. Par ailleurs, il y a à craindre que le polymère se dépolymérise dans le cas où la température de la polymérisation dépasse 190°C pendant longtemps.

Dans la présente invention, comme le polymère est soumis à un filage à l'état fondu suivi du processus de polymérisation du composant du coeur, sans baisser la température du polymère à une valeur inférieure à sa température de transition vitreuse, il n'y a pas de changement remarquable du volume du polymère, on peut donc obtenir une fibre optique ayant moins de microvides. Par suite de la détermination des ions métalliques comme impureté dans le polymère ainsi obtenu selon une analyse radiochimique, il est devenu clair que de tels ions métalliques comme impureté contenaient 50 ppb ou moins de fer et de manganèse, 10 ppb ou moins de cuivre et de nickel, 5 ppb ou moins de chrome et 2 ppb ou moins de cobalt, et de ce point de vue, il est également facile de produire un tel polymère contenant 20 ppb ou moins de fer et de manganèse, 5 ppb ou moins de cuivre et de nickel et 2 ppb ou moins de chrome.

Dans la présente invention, un monomère de méthacrylate de méthyle auquel sont ajoutés un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne, est polymérisé à pression réduite dans un système obturé ou étanche, et le polymère résultant du coeur est soumis à un filage à la fusion tout en maintenant l'état obturé, et par conséquent il n'y a pas de contamination du polymère du coeur par de la poussière ou des impuretés et en outre, la formation des microvides y est supprimée. De plus, il n'y a aucune contamination du polymère par la poussière dans le cas du filage du polymère, on peut donc ainsi obtenir une fibre optique ayant de faibles pertes, où la perte par dispersion est remarquablement réduite en comparaison à celle d'une fibre traditionnelle.

La composition de la gaine utilisée dans la présente invention est un composé macromoléculaire synthétique ayant un indice de réfraction inférieur à celui du coeur, d'au moins 0,5%, de préférence de 2% et mieux d'au moins 5%. En particulier, quand on utilise un polymère sensiblement amorphe comme composant de la gaine, on peut

fabriquer une fibre optique ayant d'excellentes caractéristiques de transmission optique. On peut citer comme exemples d'un tel composant de la gaine, des polymères bien connus pour le composant de la gaine comme des polymères ou copolymères d'esters fluorés de méthacrylate d'acryle ou de méthyle, des copolymères de matières plastiques fluorées comme le tétrafluoroéthylène, l'hexafluoropropylène, le fluorure de vinylidène, le trifluoromonochloroéthylène et analogues, ou des élastomères comme une résine de silicone et analogues.

Pour un tel composant de la gaine, par exemple, un copolymère préparé à partir de deux méthacrylates de fluoroalcoyle ayant des groupes fluoroalcoyles différents les uns des autres est particulièrement adapté. Dans ce cas, quand un copolymère obtenu en combinant un méthacrylate de fluoroalcoyle ayant une adhérence particulièrement excellente par rapport à un autre méthacrylate de fluoroalcoyle ayant une température de distorsion à la chaleur relativement élevée est employé, on peut fabriquer une fibre optique ayant des caractéristiques de transmission optique particulièrement excellentes. On peut citer comme exemples d'une telle combinaison indiquée ci-dessus, un copolymère de 75% en moles de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et de 25% en moles de 1H, 1H, 3H-tétrafluoropropyl méthacrylate, un copolymère de 60% en moles de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et de 40% en moles de 1H, 1H-pentafluoropropyl méthacrylate, un copolymère de 80% en moles de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et de 20% en moles de 1H, 1H-trifluoroéthyl méthacrylate et copolymères analogues. Si de tels copolymères sont employés comme matériau de la gaine d'une fibre optique selon l'invention, par exemple, on peut remédier à un inconvénient tel que la faible température de distorsion à la chaleur du matériau de la gaine où on utilise un polymère de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate comme composant de la gaine, ou comme matériau fragile de la gaine ou on emploie un polymère de 1H, 1H-trifluorométhyl méthacrylate

comme composant de la gaine. Afin d'obtenir un tel copolymère de méthacrylate de fluoroalcoyle, on mélange deux types de méthacrylates de fluoroalcoyle différents à chaque quantité requise, un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne y sont ajoutés et ensuite le mélange résultant est évacué et dégazé, et la polymérisation est effectuée en l'absence d'oxygène. Dans ce cas, il est préférable que le poids moléculaire du copolymère soit compris entre 20 000 et 100 000, en poids moléculaire moyen en poids comme on le décrira plus particulièrement ci-après.

Il est également possible de fabriquer une fibre optique ayant une excellente transmission optique, en utilisant une composition obtenue en fondant et en incorporant un polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle dans un copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène comme composant de la gaine. Ce type de copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène a été lui-même utilisé comme composant de la gaine de fibres optiques en matière plastique. Quand une fibre de coeur est couverte d'un tel copolymère à une épaisseur de plusieurs dizaines de microns comme matériau de la gaine, la fibre optique résultante semble être transparente à un certain point. Cependant, comme la cristallisabilité reste essentiellement dans le copolymère, sa boulette est trouble et par suite, cela devient un facteur d'augmentation de la dispersion dans la surface limite coeur-gaine. Quand un méthacrylate de fluoroalcoyle essentiellement non cristallin est incorporé dans un tel type de copolymère, la cristallisabilité du copolymère est dispersée, on peut donc obtenir une composition transparente. Dans ce cas, il est préférable que la quantité du polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle soit comprise entre 10 et 50% en poids. Si une telle quantité est inférieure à 10% en poids, cela est insuffisant pour éliminer totalement la cristallisabilité du copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène, tandis que si la

quantité dépasse 50% en poids, des avantages tels qu'une résistance mécanique, une adhérence, une résistance à la chaleur favorables et analogues pour le composant de la gaine du copolymère de fluorure de vinylidène-tétra-
5 fluoroéthylène sont perdus. Si la teneur en fluorure de vinylidène dans le copolymère fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène utilisé ici est de 60 moles % ou plus, on obtient une excellente adhérence de la fibre optique résultante.

10 Par ailleurs, si l'on adopte comme composant du coeur, un copolymère ayant une composition azéotrope de méthacrylate de méthyle et de styrène, son indice de réfraction se trouve de 1,54 et en conséquence, il devient possible que de tels polymères, en tant que polymères d'esters
15 méthacryliques comprenant le polyméthyl méthacrylate, des copolymères d'esters acryliques et d'esters méthacryliques et des élastomères tels que les copolymères d'éthylène-acétate de vinyle et autres puissent être utilisés comme composants de la gaine de la fibre optique
20 selon l'invention. Cependant, il faut noter que le composant de la gaine n'est pas limité à ces polymères ou copolymères, mais que tout composé macromoléculaire synthétique optiquement transparent et répondant de plus à la condition concernant la différence des indices de
25 réfraction entre les composants de la gaine et du coeur peut être utilisé dans la présente invention.

Selon la présente invention, dans le cas où un polymère du coeur est soumis à un filage à l'état fondu, un tel polymère qui est produit au moyen de la polymérisation à une température supérieure à la température de
30 transition vitreuse du polymère de méthacrylate de méthyle est amené à un dispositif de filage à l'état fondu sans faire baisser la température du polymère à une valeur inférieure à la température de transition vitreuse ci-dessus.
35 En conséquence, une fibre optique non accompagnée de microvides au moment du filage du polymère du fait de la

production de tensions internes ainsi que d'un changement de volume dans le polymère, et ayant une faible perte par dispersion peut être obtenue.

5 En fabriquant la fibre optique en matière plastique selon l'invention, un procédé de filage composé à l'état fondu ou un ensemble formant filière de coeur-gaine est utilisé, est adopté. A part cela, un procédé pour fabriquer la fibre optique en matière plastique enimmergeant
10 un polymère d'un composant du coeur formé en une fibre dans une solution concentrée d'un polymère du composant de la gaine, ou un procédé consistant à revêtir le polymère du composant du coeur fibreux par la solution concentrée du composant de la gaine par un orifice peut également être employé. Dans l'immersion ou l'enrobage
15 ou revêtement du polymère du composant du coeur dans ou par la solution concentrée du polymère du composant de la gaine, on peut obtenir d'excellentes caractéristiques de transmission optique parce que le revêtement du polymère du composant du coeur par le polymère du composant de
20 la gaine est effectué immédiatement après extrusion du coeur, ce qui diminue la contamination du composant du coeur par la poussière ou analogue, autant que possible.

Dans le cas de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, il est approprié d'utiliser un dispositif de
25 fabrication qui comprend un pot de distillation formant le coeur pour distiller un certain nombre de matériaux macromoléculaires formant le coeur à une condition de pression réduite, un pot de distillation de l'initiateur de polymérisation pour distiller un initiateur de poly-
30 mérisation en condition de pression réduite, un pot de distillation du modificateur du poids moléculaire pour distiller un modificateur afin d'ajuster chaque poids moléculaire des matériaux macromoléculaires ci-dessus formant le coeur en l'absence d'oxygène, et un récipient
35 de polymérisation formant le coeur pour former un matériau de coeur à partir des matériaux macromoléculaires distillés dans les pots de distillation respectifs ci-dessus

et le récipient de polymérisation qui est relié à chacun des pots de distillation ci-dessus par un tube de refroidissement et est pourvu d'une chemise de refroidissement.

5 Dans le cas où l'on forme un matériau du coeur, une solution d'un monomère qui a été amenée au récipient de polymérisation est distillée en une condition telle que les matières étrangères optiques soient totalement retirées par une autre distillation atmosphérique ou une distillation
10 sous vide, est soumise à une polymérisation en masse et après cette polymérisation, le polymère résultant est ensuite soumis à un filage à l'état fondu, afin de former le matériau du coeur des fibres optiques en matière plastique.

15 Le procédé selon l'invention est effectué dans un système parfaitement étanche en l'absence d'oxygène dans une condition de pression réduite, à partir de l'étape de distillation du monomère formant le coeur, de l'initiateur de polymérisation et du modificateur du poids moléculaire (agent de transfert de chaîne) jusqu'à l'étape
20 de filage à l'état fondu, qui est effectuée en suivant une étape de polymérisation en masse. Ainsi, selon l'invention, la polymérisation en masse est effectuée en l'absence d'eau et d'oxygène ainsi que de matières
25 étrangères optiques, cela permet donc d'éviter des inconvénients tels que la contamination du polymère par des matières étrangères optiques, et l'obstacle dû à la coloration par oxydation du polymère accompagnant la polymérisation en suspension comme dans un procédé
30 traditionnel est éliminé. De plus, selon l'étude des présents inventeurs, il est devenu clair que les pertes de transmission de la fibre optique en matière plastique fabriquée par la présente invention ne sont pas autant affectées que ce qui est décrit dans le brevet US
35 No. 3 993 834 ou dans les demandes de brevet au Japon Nos. 83 046 et 83 047/1975, même s'il reste environ 5% du monomère n'ayant pas réagi dans le polymère.

Un monomère constitué de méthacrylate de méthyle ou analogue est un monomère qui a à peine la capacité d'amorcer la polymérisation et qui ne peut contrôler le poids moléculaire en lui-même et en conséquence, dans le cas où la polymérisation en masse est adoptée pour la polymérisation de ce monomère, il est nécessaire d'ajouter un initiateur de polymérisation tel que de l'azo-tert-butane, de l'azobisisobutyronitrile ou du di-t-butyl peroxyde ainsi qu'un modificateur du poids moléculaire comme du n-butyl mercaptan.

Selon l'étude des présents inventeurs, il est également devenu apparent que les matières optiques étrangères contenues dans un monomère, un initiateur de polymérisation ou un modificateur du poids moléculaire affectaient de façon remarquable les pertes de transmission d'une fibre optique en matière plastique. De telles matières étrangères optiques ne peuvent être retirées en utilisant un filtre ordinaire, et même pas en utilisant un filtre de poly-tétrafluoroéthylène commercialisé ayant le diamètre plus petit d'ouverture, 0,1 μ , qui n'est pas érodé par un monomère, l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids moléculaire comme cela est révélé dans le brevet US No. 4 161 500. Cela est dû au fait que la fenêtre de la perte de la fibre optique en matière plastique est dans la région de lumière visible (0,4-0,8 μ) et que la perte par dispersion affectant de façon néfaste la perte de transmission est définitivement accrue par les matières étrangères optiques, chacune ayant une dimension correspondant à environ 1/10 - 1/20 ou moins de la longueur d'onde, c'est-à-dire une dimension comprise entre 0,08 et 0,02 μ ou moins, et donc les matières étrangères optiques ayant une dimension de 0,1 μ ou moins ne peuvent être retirées même par le filtre ci-dessus ayant le plus petit diamètre d'ouverture.

La présente invention permet de résoudre l'inconvénient ci-dessus indiqué parce que le monomère, l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids

moléculaire à utiliser sont soumis à une distillation. Le principe de la distillation se rapporte à un procédé d'utilisation des différences des points d'ébullition des matériaux à distiller, et le fait qu'un certain
5 matériau puisse être distillé dépend généralement des poids moléculaires des objets à distiller. Chaque poids moléculaire du monomère, de l'initiateur de polymérisation et du modificateur de poids moléculaire employé dans l'invention est de l'ordre de 1000 au plus et en conséquence,
10 les matériaux ayant un tel poids moléculaire peuvent être suffisamment distillés au moyen d'une distillation atmosphérique ou également d'une distillation sous vide, à un vide poussé de l'ordre de $1,33 \times 10^{-3}$ à $1,33 \times 10^{-5}$ N/m². Par ailleurs, les matières étrangères optiques ne sont pas
15 compatibles avec le monomère, l'initiateur de polymérisation, le modificateur du poids moléculaire ou le polymère, et le poids moléculaire des matières étrangères optiques est généralement compris entre 1000 et environ plusieurs centaines de millions, ainsi ces matières étrangères
20 optiques ne s'évaporent jamais même sous un vide poussé de l'ordre de $1,33 \times 10^{-3}$ à $1,33 \times 10^{-5}$ N/m².

Comme on l'a décrit ci-dessus, quand chaque matériau macromoléculaire est distillé et introduit dans un récipient de polymérisation, un tel récipient de polymé-
25 risation est très facilement rempli d'une solution du monomère contenant l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids moléculaire où la concentration des matières étrangères optiques est représentée par le nombre de matières étrangères comme 1 ou moins pour 1 cm³.
30 La polymérisation en masse qui suit d'un tel monomère et par suite, d'un polymère formant le coeur où la concentration des matières étrangères est de 1 ou moins pour 1 cm³ peut être très facilement produite. Dans ce cas, la concentration des matières étrangères optiques
35 peut être mesurée de façon que la solution du monomère à mesurer soit irradiée au moyen d'un laser He-Ne ayant par exemple, une longueur d'onde de 632,8 nm (le diamètre du flux de lumière tant de l'ordre de 0,5 mm) pour

déterminer combien de matières étrangères existent dans un trajet optique prescrit, par exemple 10 cm.

Dans la présente invention, un monomère contenant l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids moléculaire est soumis à une polymérisation en masse à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère produit final. Ainsi, le taux final de polymérisation atteint 95% ou plus, ou 99,9% ou plus et le monomère n'ayant pas réagi diminue pour atteindre une quantité sensiblement négligeable, et la température du polymère est proche d'une région de la température lors du filage à l'état fondu. En conséquence, il devient possible que ce polymère soit soumis à un filage à l'état fondu tel qu'il est, et donc l'étape consistant à retirer le monomère n'ayant pas réagi pendant laquelle il y a à craindre que le polymère soit exposé à la présence de matières étrangères optiques ou d'oxygène, peut être évitée, et cela est très avantageux pour la fabrication d'une fibre optique en matière plastique ayant de faibles pertes.

Par ailleurs, selon la connaissance des présents inventeurs, la contamination d'un matériau de la gaine par la coloration ou les matières étrangères optiques n'est pas appropriée étant donné les caractéristiques de transmission dans le cas où l'on fabrique des fibres optiques en matière plastique ayant de faibles pertes. Cela est dû au fait que la lumière qui passe par le matériau du coeur et qui est totalement réfléchi par la limite entre la face du coeur et la face de la gaine fuit vers la partie de la gaine sur une longueur correspondant sensiblement à la longueur d'onde de la lumière transmise ou une longueur plusieurs fois égale à celle-ci, comme 0,4 μ à environ 5 μ , en regardant microscopiquement, et ensuite la lumière est de nouveau transmise dans la partie du coeur. Par conséquent, si la partie de la gaine d'où la lumière s'échappe a été colorée ou si des matières étrangères optiques existent dans la partie de la gaine, la lumière

est absorbée ou dispersée en cette partie. Pour cette raison, il est préférable que le matériau de la gaine soit également polymérisé en l'absence de matières étrangères optiques et d'oxygène par un procédé semblable à celui du matériau du coeur.

On décrira maintenant un mode de réalisation d'un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé de fabrication selon l'invention, en se référant à la figure 2, où le repère 1 désigne un pot de distillation du monomère principal formant le coeur, le repère 2 désigne un pot de distillation du sous-monomère formant le coeur, le repère 3 désigne un pot de distillation de l'initiateur de polymérisation, le repère 4 désigne un pot de distillation de l'agent de transfert de chaîne, les repères 5, 6, 7 et 8 désignent des vannes d'évacuation pour les résidus de distillation dans les pots 1, 2, 3 et 4, respectivement, le repère 9 désigne un réservoir du monomère principal formant le coeur, le repère 10 désigne un réservoir du sous-monomère formant le coeur, le repère 11 désigne un réservoir de l'initiateur de polymérisation et le repère 12 désigne un réservoir de l'agent de transfert de chaîne. Ces réservoirs, 9, 10, 11 et 12 sont agencés de façon à communiquer avec les pots de distillation, 1, 2, 3 et 4 par des vannes régulatrices d'alimentation 13, 14, 15 et 16, respectivement et un monomère principal, un sous-monomère, un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne sont amenés des réservoirs aux pots de distillation 1, 2, 3 et 4, respectivement, à chaque débit contrôlé par rapport aux composants macromoléculaires ci-dessus. Des capillaires 17, 18, 19 et 20 introduisent un gaz inerte ou de l'azote gazeux dans les pots de distillation 1, 2, 3 et 4, respectivement. Le repère 21 désigne un récipient de polymérisation ayant une partie cylindrique de chauffage-refroidissement, dont le diamètre interne, par exemple, est de 10-100 mm, et il est pourvu d'un ménisque de dosage. Chaque liqueur distillée obt nue en

refroidissant et en condensant chaque vapeur provenant de chaque pot de distillation 1, 2, 3 ou 4 dans chaque tube de refroidissement 22, 23, 24 ou 25 est amenée au récipient de polymérisation 21 par chaque robinet à pointeau régulateur de dépression 26, 27, 28 ou 29 fait en polytétrafluoroéthylène, et cette liqueur de distillat est stockée dans le récipient de polymérisation 21. La paroi interne du récipient de polymérisation 21 est couverte d'un matériau résistant à la corrosion. Les repères 30, 31 et 32 désignent des robinets à pointeau régulateurs de la dépression, en polytétrafluoroéthylène respectivement, et le gaz azote introduit par le robinet à pointeau 30 est amené au récipient de polymérisation 21 par un filtre 33 ayant, par exemple, un diamètre d'ouverture de 0,1 μ , pour retirer les matières étrangères optiques dans l'azote gazeux et de plus par le robinet à pointeau 31. Le récipient de polymérisation 21 communique avec une pompe à vide 34 par les robinets en pointeau 31 et 32, et le pourtour externe de la partie cylindrique du récipient de polymérisation 21 est entouré d'une chemise de refroidissement 35. La partie extrême inférieure du récipient de polymérisation 21 communique avec une tubulure 37A de formation du coeur qui est disposée à l'intérieur d'une tubulure double de filage 37, par une vanne régulatrice de l'alimentation en polymère 36. D'une entrée 38 du matériau de la gaine, une solution macromoléculaire formant la gaine est amenée dans une tubulure 37B formant la gaine qui est la tubulure externe et qui forme la tubulure double 37 avec la tubulure 37A. Dans cet agencement, une fibre optique en matière plastique 39 ayant une structure coeur-gaine, est filée de la tubulure 37 et la fibre résultante 39 est enroulée par un tambour 41 au moyen d'une poulie 40. La tubulure 37 est pourvue d'une vis ou d'un mécanisme pouvant être mis sous pression au moyen d'un gaz inerte ou d'azote gazeux, et le filage à l'état fondu est effectué en utilisant cette vis ou ce mécanisme dans la tubulure 37. Par ailleurs, un élément

réchauffeur d'oxyde d'étain est appliqué sur chaque surface externe des pots de distillation 1, 2, 3 et 4, du récipient de polymérisation 21, de la tubulure double 37 et de l'entrée 38 du matériau de la gaine afin de
5 chauffer ces pièces. Toutes les pièces dans le dispositif ci-dessus sont faites en quartz et chaque partie de tube est formée en un tube épaissi et intérieurement résistant à la pression. Sur la figure 2, les repères 42, 43, 44 et 45 désignent d'autres tubes de fractionnement, respec-
10 tivement, et 46 et 47 désignent des mécanismes pour empêcher les secousses, respectivement.

Dans cet agencement, le monomère de méthacrylate de méthyle contenant l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne ajouté au récipient
15 de polymérisation 21 après distillation, est polymérisé dans le récipient où une condition de pression réduite est maintenue, et le polymère résultant est ensuite filé à travers la tubulure 37A sans abaisser la température du polymère à celle inférieure à la température de
20 transition vitreuse du polymère.

Pour un matériau de gaine extrudé de la tubulure 37B de formation de la gaine, une composition préparée en fondant et en incorporant dans un polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle, un copolymère de fluorure de
25 vinylidène-tétrafluoroéthylène est appropriée.

Dans le cas de la polymérisation, il est nécessaire d'élever graduellement la température du mélange à des températures élevées afin d'atteindre 98% et de préférence 99% ou plus de la conversion en polymère. Au contraire,
30 si la température n'est pas graduellement élevée à des valeurs élevées, mais qu'elle est instantanément élevée à de telles températures élevées et que la polymérisation est effectuée, la réaction de polymérisation se presse par un effet de gel, et cela amène une cause de production
35 de vides. Par ailleurs, si la température de la polymérisation dépasse 190°C pendant longtemps, il y a à craindre une dépolymérisation du polymère.

Dans le cas où l'on applique un composant de gaine sur le polymère filé du coeur, on adopte un procédé de filage composé à l'état fondu où un ensemble filière du coeur-gaine est utilisé, en outre un procédé où l'on
5 immerge un polymère du composant du coeur formé en une fibre dans une solution concentrée d'un polymère composant de gaine ou un procédé consistant à revêtir le polymère fibreux du composant du coeur au moyen de la solution concentrée du polymère du composant de gaine par un
10 orifice, peuvent également être employés. Dans le cas où l'on emploie un copolymère se composant de deux types de méthacrylates de fluoroalcoyle contenant des groupes fluoroalcoyles différents comme composant de gaine, le procédé de revêtement ou d'enrobage est particulièrement
15 approprié. Dans ce cas, il est préférable que le poids moléculaire de ce copolymère ci-dessus indiqué soit compris entre 20 000 et 100 000 en poids moléculaire moyen en poids. Si le poids moléculaire est de 100 000 ou plus, on ne peut obtenir une faible viscosité suffisante pour
20 permettre d'enrober, dans le cas où le copolymère ci-dessus est appliqué sur la fibre du coeur au moyen du procédé d'enrobage ou de revêtement, tandis que si le poids moléculaire est de 20 000 ou moins, on ne peut obtenir de résistance suffisante du matériau de la gaine. Dans
25 le cas où l'on produit un copolymère de méthacrylate de fluoroalcoyle, l'air dissous dans les monomères est retiré, ensuite les monomères sont soumis à une polymérisation en masse, afin qu'il n'y ait pas de production de microvides ou micropores et de coloration d'un composant
30 de gaine par oxydation dans le cas où le copolymère est appliqué sur le composant du coeur, et en conséquence, on peut fabriquer une fibre optique ayant de faibles pertes à la surface limite coeur-gaine.

La présente invention sera décrite ci-après en plus
35 de détail en se référant aux exemples qui suivent, mais on comprendra que l'invention n'est pas restreinte à ces exemples. Dans les exemples, une lampe au tungstène-halogène

a été utilisée pour mesurer les caractéristiques de transmission optique des fibres optiques obtenues.

Exemple 1.

Dans l'utilisation du dispositif représenté sur la figure 2, d'abord les vannes 13, 5, 15, 7, 6, 14, 8, 16, 36 et 30 sont fermées, tandis que les vannes 26, 27, 28, 29, 31 et 32 sont ouvertes respectivement, et tout le dispositif est forcé à être en condition sous vide (condition de pression réduite) au moyen de la pompe à vide 34. Alors, le robinet 32 est fermé et le robinet 30 est ouvert, et l'atmosphère dans le dispositif est remplacée par de l'azote sec pour obtenir une condition sans oxygène. Dans cette condition, le réservoir 9 du monomère principal formant le coeur est chargé de méthacrylate de méthyle, et de même le réservoir 10 du sous-monomère formant le coeur est chargé d'acrylate d'éthyle, le réservoir 11 de l'initiateur de polymérisation est chargé d'azo-t-butane, et le réservoir 12 du modificateur de poids moléculaire est chargé de n-butyl mercaptan, et chacun de ces ingrédients est introduit à chaque pot de condensation 1, 2, 3 ou 4, respectivement.

En effet, dans le système totalement étanche ou obturé, le récipient de polymérisation 21 a été refroidi à -5°C au moyen de la chemise de refroidissement 35 en l'absence d'oxygène, ensuite les robinets 26, 27 et 29 sont fermés tandis que le robinet 28 est maintenu ouvert et le robinet 15 est ouvert pour introduire de l'azo-t-butane du réservoir 11 de l'initiateur de polymérisation vers le pot de condensation 3. Dans ce cas, le pot de condensation 3 a précédemment été chauffé à 100°C . Ensuite, le robinet 30 est fermé tandis que le robinet 32 est ouvert pour réduire la pression du système obturé à $266,6 \times 10^2 \text{ N/m}^2$, et de l'azote gazeux est introduit du capillaire 19 au pot de condensation 3, afin d'amener ainsi la vapeur de l'azo-t-butane dans le tube de refroidissement 24. Le tube 24 a précédemment été refroidi en laissant de l'eau

froide s'écouler autour de lui, afin de condenser ainsi la vapeur de l'azo-t-butane, et on introduit 1 ml de la solution résultante d'azo-t-butane dans le récipient de polymérisation 21.

5 Ensuite, le robinet 28 est fermé et le robinet 29 est ouvert tout en maintenant les robinets 26 et 27 fermés, et de plus le robinet 16 est ouvert afin d'introduire ainsi le n-butyl mercaptan provenant du réservoir 12 du modificateur du poids moléculaire dans le pot de
10 distillation 4. Ce pot de distillation 4 a auparavant été chauffé à 80°C. Alors, de l'azote gazeux est introduit du capillaire 20 au pot de distillation 4 tout en maintenant une pression de $266,6 \times 10^2 \text{ N/m}^2$ dans le système étanche pour introduire la vapeur de n-butyl mercaptan
15 dans le tube de refroidissement 25 qui est refroidi en laissant de l'eau froide s'écouler autour de lui et la vapeur de n-butyl mercaptan y est condensée, et on introduit 3 ml de la liqueur résultante de n-butyl mercaptan dans le récipient de polymérisation 21 qui a été refroidi
20 auparavant à -5°C.

 Ensuite, le robinet 29 est fermé et les robinets 27 et 14 sont ouverts tout en maintenant les robinets 26 et 28 fermés, afin d'introduire ainsi de l'acrylate d'éthyle du réservoir 10 du sous-monomère formant le coeur
25 au pot de distillation 2. Le pot 2 est chauffé à 80°C tout en maintenant la pression dans le système étanche à $266,6 \times 10^2 \text{ N/m}^2$, de l'azote gazeux est introduit du capillaire 18 au pot de distillation 2, afin d'introduire ainsi la vapeur d'acrylate d'éthyle dans le tube de
30 refroidissement 23 et la vapeur d'acrylate d'éthyle y est condensée, et on amène 100 ml de l'acrylate d'éthyle liquide résultant dans le récipient de polymérisation 21 refroidi à -5°C.

 Ensuite, le robinet 27 est fermé et les robinets 26
35 et 13 sont ouverts tout en maintenant les robinets 28 et 29 fermés, afin d'introduire ainsi le méthacrylate de méthyle du réservoir 9 du monomère principal formant le

coeur au pot de distillation 1. Le pot de distillation 1 est chauffé à 110°C tout en maintenant la pression du système étanche à $266,6 \times 10^2 \text{ N/m}^2$, de l'azote gazeux est introduit du capillaire 17 au pot de distillation 1, afin d'introduire ainsi la vapeur de méthacrylate de méthyle dans le tube de refroidissement 22 et cette vapeur s'y condense, et on amène 900 ml du méthacrylate de méthyle liquide résultant au récipient de polymérisation 21 qui est refroidi à -5°C.

Par suite de chaque distillation à pression réduite ci-dessus mentionnée, une solution mélangée macromoléculaire se composant de 94,6 moles % de méthacrylate de méthyle comme monomère principal formant le coeur, 5 moles % d'acrylate d'éthyle comme sous-monomère formant le coeur, 0,1 mole % d'azo-t-butane comme initiateur de polymérisation et 0,3 mole % de n-butyl mercaptan comme modificateur du poids moléculaire est obtenue. Ensuite, le robinet 26 est fermé tout en maintenant les robinets 27, 28 et 29 fermés, et de plus le robinet 32 est fermé ensuite le robinet 30 est ouvert pour introduire l'azote gazeux dans le récipient de polymérisation 21 et pendant cette introduction, le récipient de polymérisation est mis sous pression à 2,943 bars. Dans un tel système totalement étanche comme on l'a indiqué ci-dessus, le récipient de polymérisation 21 est chauffé en l'absence d'oxygène à une température de 130-150°C pendant un à dix jours et le récipient est de plus chauffé pendant environ un jour supplémentaire à 180°C pour compléter la polymérisation en masse. Ensuite, les robinets 31 et 36 sont ouverts pour extruder le polymère fondu par la tubulure 37A et en même temps, un matériau fondu de gaine, par exemple un polymère fondu de méthacrylate de fluoroalcoyle est amené par l'entrée 38 pour le matériau chauffé de la gaine, pour extruder le polymère fondu à travers la tubulure 37B, ainsi est effectué un filage double à l'état fondu tout en maintenant la température de la tubulure 37 entre 130 et 150°C. La fibre résultante

est suffisamment refroidie et ensuite elle est enroulée sur le tambour 41 au moyen de la poulie 40. Dans le présent exemple, on a obtenu une fibre optique en matière plastique 39 ayant une telle structure coeur-gaine, et
5 ayant 1,2 mm de diamètre de la fibre, 1,0 mm de diamètre du coeur et une différence d'indice de réfraction de 5%.

Dans cet exemple, si les matières étrangères optiques contenues dans les solutions des monomères ou la solution du polymère que l'on obtient par distillation sont
10 calculées en termes du nombre de tâches ou points de lumière pour 10 cm du trajet optique en irradiant une telle ou de telles solutions au moyen d'un laser He-Ne ayant une longueur d'onde de 632,8 nm (le diamètre du flux lumineux étant de l'ordre de 0,5 mm), un tel
15 nombre est de 1 pour 1 cm³. Par ailleurs, les caractéristiques de pertes de transmission de la fibre résultante sont telles que sur la représentation graphique illustrée sur la figure 3 où les transmissions étaient respectivement de 90 dB/km, 88 dB/km ou 178 dB/km pour chaque longueur
20 d'onde de 523nm, 568 nm ou 650 nm. Par le résultat de ces pertes de transmission, on peut comprendre que ce sont des valeurs remarquablement inférieures à celles d'une fibre optique traditionnelle en matière plastique, par exemple, la perte minimum de 274 dB/km (656 nm)
25 de la fibre optique en matière plastique où un polymère de la série polyméthyl méthacrylate est utilisé comme matériau du coeur comme cela est révélé dans le brevet US No. 4 161 500.

Exemple 2.

30 Selon le même processus qu'à l'exemple 1, une solution macromoléculaire mélangée consistant en 94,6 moles % de méthacrylate de méthyle en tant que monomère principal formant le coeur, 5 moles % d'acrylate d'éthyle en tant que sous-monomère formant le coeur, 0,1 mole % de di-t-
35 butyl peroxyde comme initiateur de polymérisation et 0,3 mole % de n-butyl mercaptan comme modificateur du poids moléculaire est préparée dans le récipient de

polymérisation 21 par chaque étape de distillation à pression réduite des ingrédients. Alors, à la même façon qu'à l'exemple 1, la polymérisation de la solution macromoléculaire mélangée est effectuée à une température
5 comprise entre 100 et 120°C pendant 6 à 10 heures, entre 120 et 130°C pendant 4 à 10 heures, entre 140 et 150°C pendant 2 à 6 heures et entre 180 et 190°C pendant 1 à 5 heures, respectivement. Ensuite, tout en maintenant la température de la tubulure 37 entre 130 et 150°C,
10 le filage double à l'état fondu est effectué en employant un méthacrylate de fluoroalcoyle comme matériau de la gaine, ainsi que le matériau du coeur ci-dessus à travers la tubulure 37 sous une pression d'azote de 4,9 bars. La fibre résultante 39 a été enroulée sur le tambour 41
15 à raison de 10 mètres par minute. La fibre optique en matière plastique 39 ainsi obtenue avait un diamètre du coeur de 0,95 mm et une épaisseur de pellicule de 0,22 mm dans la partie de gaine. Cette fibre optique en matière plastique du présent exemple avait des valeurs de pertes
20 de transmission aussi faibles que 225 dB/km et 220 dB/km à des longueurs d'ondes de 572 et 652 nm, respectivement.

Exemple 3.

Selon le même processus qu'à l'exemple 1, une solution macromoléculaire mélangée de monomères consistant en
25 94,6 moles % de méthacrylate de méthyle comme monomère principal formant le coeur, 5 moles % d'acrylate d'éthyle comme sous-monomère formant le coeur, 0,1 mole % de 1,2-dicarbo-éthoxy-1,2-dicyano-1,2-diphényléthane comme initiateur de polymérisation, et 0,3 mole % de t-butyl
30 mercaptan comme modificateur du poids moléculaire est préparée dans le récipient de polymérisation 21 à travers chaque étape de distillation à pression réduite de tous les ingrédients. Dans ce cas, l'initiateur de polymérisation est solide en condition normale et sa pression de
35 vapeur est très faible. Par conséquent, dans le cas où l'on prépare la solution de monomères, l'initiateur de polymérisation est introduit dans le récipient de

polymérisation 21 après avoir chauffé l'initiateur dans le pot de distillation 3 et le tube de refroidissement 24 à une température comprise entre 300 et 350°C sous un vide poussé de $1,333 \times 10^{-2}$ N/m². Les processus suivants sont
5 semblables à ceux de l'exemple 1, en effet la polymérisation de la solution de monomères mélangés est effectuée à une température comprise entre 100 et 120°C pendant 6 à 10 heures, entre 120 et 130°C pendant 4 à 10 heures, entre 140 et 150°C pendant 2 à 6 heures et
10 entre 180 et 190°C pendant 1 à 5 heures, respectivement. Ensuite, tout en maintenant la température de la tubulure 37 entre 130 et 150°C, le filage double à l'état fondu est effectué en utilisant du méthacrylate de fluoroalcoyle comme matériau de la gaine avec la solution ci-dessus
15 de monomères mélangés comme matériau du coeur à travers la tubulure 37 sous une pression d'azote de 4,9 bars. La fibre résultante 39 a été enroulée sur le tambour 41 à raison de 10 mètres par minute. La fibre optique en matière plastique 39 ainsi obtenue avait un diamètre
20 du coeur de 0,90 mm et une épaisseur de pellicule de 0,25 mm dans la partie de gaine. Les caractéristiques de pertes de transmission de cette fibre sont illustrées par la représentation graphique de la figure 4. Comme on peut le voir sur la figure 4, la fibre optique en matière
25 plastique du présent exemple a des pertes de valeur de transmission aussi faibles que 125 dB/km et 196 dB/km à des longueurs d'ondes de 570 nm et 652 nm, respectivement.

Dans chacun des exemples 1, 2 et 3, le monomère principal formant le coeur, le sous-monomère formant le
30 coeur, l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids moléculaire sont tous distillés séparément les uns des autres, mais la distillation peut être effectuée de façon qu'au moins deux ou tous les matériaux macromoléculaires soient mélangés les uns aux autres avant
35 leur distillation, et ensuite le mélange résultant est soumis à une seule distillation pour obtenir une solution du distillat. Ainsi, la solution du distillat peut être

soumise à une polymérisation en masse.

Exemple de comparaison No. 1.

Dans cet exemple, les pertes de transmission d'une fibre optique en matière plastique fabriquée selon la présente invention seront comparées à celles d'une autre fibre optique fabriquée selon un procédé traditionnel. Pour cette comparaison, on décrira ci-après un cas où un monomère formant le coeur est introduit dans un récipient de polymérisation selon un processus de distillation et par ailleurs, un initiateur de polymérisation et un modificateur du poids moléculaire sont amenés au récipient de polymérisation selon un processus de filtration où les deux ingrédients peuvent passer à travers un filtre ayant 0,1 μ d'ouverture de diamètre comme cela est révélé dans le brevet US No. 4 161 500. Dans l'exemple de comparaison No. 1, les dispositifs entourés de la ligne en pointillés sur la figure 5 sont insérés entre le robinet 28 et le tube de refroidissement 24 parmi les dispositifs représentés sur la figure 2. En effet, un réservoir 51 d'additifs pour stocker l'initiateur de polymérisation et le modificateur du poids moléculaire en tant qu'additifs, est relié au récipient de polymérisation 21 par un filtre 52 ayant un diamètre d'ouverture de 0,1 μ , et le robinet 28.

D'abord, les vannes 13, 5, 28, 6, 14, 8, 16, 36 et 30 sont fermées tandis que les vannes 26, 27, 29, 31 et 32 sont ouvertes respectivement, alors tout le dispositif est forcé à être en condition sous vide au moyen de la pompe à vide 34. Ensuite, le robinet 32 est fermé tandis que le robinet 30 est ouvert et alors, l'atmosphère dans le dispositif est remplacée par de l'azote sec passant par le filtre 33 ayant un diamètre d'ouverture de 0,1 μ . Dans cette condition, le réservoir 9 du monomère principal formant le coeur est chargé de méthacrylate de méthyle et de même le monomère 10 du sous-monomère formant le coeur est chargé d'acrylate d'éthyle et le réservoir 51 d'additifs est chargé de 30 ml de n-butyl mercaptan en

tant que modificateur du poids moléculaire et de 10 ml d'azo-t-butane en tant qu'initiateur de polymérisation. Le récipient de polymérisation 21 est refroidi à -5°C et les robinets 26, 27 et 29 sont fermés tandis que le robinet 5 28 est ouvert, afin d'introduire ainsi 4 ml de la solution d'additifs du réservoir d'additifs 51 au récipient de polymérisation 21 par le filtre 52. Alors, le robinet 28 est fermé et du méthacrylate de méthyle, comme monomère principal formant le coeur et de l'acrylate d'éthyle 10 comme sous-monomère formant le coeur sont amenés au récipient de polymérisation 21 selon un processus de distillation par un mode semblable à celui mentionné à l'exemple 1.

La concentration des matières étrangères optiques 15 dans la solution des monomères ou la solution du polymère ainsi préparée a été mesurée en irradiant la solution au moyen d'un laser He-Ne ayant une longueur d'onde de 632,8 nm et par suite, on a observé 2 000 ou plus pour 1 cm^3 des matières étrangères. Les caractéristiques 20 de pertes de transmission de la fibre optique en matière plastique fabriquée dans l'exemple de comparaison 1 sont illustrées par la représentation graphique de la figure 6.

Comme cela est rendu apparent dans la comparaison 25 entre les caractéristiques des pertes de transmission illustrées sur les figures 3 et 4 et celles de la figure 6, la fibre contenant 1 ou moins de matières étrangères optiques pour 1 cm^3 , fabriquée selon l'invention, est remarquablement différente de la fibre contenant 2 000 30 matières étrangères optiques ou plus pour 1 cm^3 , et fabriquée selon un procédé traditionnel, par la grandeur de la perte du côté des plus courtes longueurs d'ondes que 600 nm de longueur d'onde. En effet, si la longueur d'onde de la lumière devient plus courte, l'influence 35 de la dispersion de la lumière due aux matières étrangères optiques contenues dans une fibre peut être plus fortement vue, et son degré dépend de la concentration des matières

étrangères optiques. En conséquence, une plus faible concentration des matières étrangères optiques a pour résultat une perte plus diminuée de cette fibre. La perte de transmission dans la fibre optique en matière plastique fabriquée à l'exemple 1 de la présente invention était
5 de 90 dB/km à 522 nm, de 88 dB/km à 568 nm de longueur d'onde et de 178 dB/km à 650 nm de longueur d'onde, respectivement, et en comparant ces résultats de la fibre optique en matière plastique fabriquée en utilisant le
10 dispositif traditionnel décrit dans l'exemple de comparaison No. 1, la fibre de l'exemple 1 a de plus une faible perte d'environ 300 - 400 dB/km à proximité des longueurs d'ondes de 520 nm et 570 nm. Ainsi, selon le procédé de l'invention, une fibre optique en matière plastique ayant
15 d'excellentes caractéristiques de pertes en comparaison à celle fabriquée selon un procédé de filtration partielle traditionnelle peut être fabriquée.

Exemple 4.

Du méthacrylate de méthyle comme monomère, de l'azo-~~tert~~-
20 butane comme initiateur de polymérisation et du n-butyl mercaptan comme agent de transfert de chaîne sont amenés à chacun des pots fixes de condensation, 1, 3 et 4 respectivement, tout le système les comprenant est mis en condition étanche, et ensuite la pression du système
25 est réduite à $200 \times 10^2 \text{ N/m}^2$. A la suite de la réduction de pression, le pot de distillation 1 du monomère principal est chauffé et le monomère est transféré au récipient de polymérisation 21. Dans ce cas, si le monomère a précédemment été distillé pour n'en recueillir
30 que la fraction intermédiaire, cette fraction à partir du point initial d'ébullition jusqu'à une quantité prescrite est introduite dans le récipient de polymérisation tandis que si le monomère n'a pas précédemment été distillé, la fraction au point initial d'ébullition est
35 évacuée en ouvrant et en fermant la tubulure 37A formant le coeur, et ensuite la quantité prescrite de la fraction intermédiaire est amenée au récipient de polymérisation 21.

Ensuite, le pot 3 de distillation de l'initiateur de polymérisation et le pot 4 de distillation de l'agent de transfert de chaîne sont chauffés et alors chaque quantité prescrite de l'initiateur de polymérisation et de l'agent de transfert de chaîne sont transférées au récipient de polymérisation 21. Après avoir suffisamment agité les contenus du récipient de polymérisation 21, le mélange résultant est irradié du laser He-Ne, afin ainsi de détecter la poussière restante. Par suite, on n'observe que 1-0,02 ou moins ou 0,02 ou moins, dans la plupart des cas, de points de lumière pour 10 cm du trajet optique, c'est-à-dire simplement 1 ou moins de poussière pour 1 cm³. Le récipient de polymérisation 21 est chauffé tout en maintenant la condition de pression réduite, le contenu du récipient est soumis à une polymérisation en masse à 135°C pendant 12 heures et ensuite la température du contenu est graduellement élevée pour augmenter l'allure de la polymérisation et enfin la polymérisation est complétée à 180°C au bout de 8 heures, afin de produire ainsi un polymère composant du coeur. La température du polymère est élevée à 200°C dans la condition dans laquelle la fluidité du polymère est maintenue et on obtient 0,65 mm de fibre de coeur à travers le tubulure 37A de formation du coeur en poussant le polymère avec de l'azote sec amené par les robinets à pointeau 30 et 31 de régulation de la dépression. Par ailleurs, un composant de gaine est préparé à la façon décrite ci-après. En effet, de l'azoisobutyronitrile comme initiateur de polymérisation et du n-butyl mercaptan comme agent de transfert de chaîne sont ajoutés à un mélange de 70 moles % de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et de 30 moles % de 1H, 1H, 3H-tétrafluoropropyl méthacrylate, l'oxygène dissous est retiré du mélange résultant à une condition de pression réduite de $1,333 \times 10^2 \text{ N/m}^2$ et alors la polymérisation est effectuée en l'absence d'oxygène à 60°C pendant 8 heures. Ensuite, la température du mélange est graduellement élevée jusqu'à 120°C et la polymérisation

est accomplie à cette température, et le copolymère résultant présente un poids moléculaire moyen en poids de 35 000. Le copolymère du composant de la gaine ainsi obtenu est appliqué à l'état fondu à un moyen de revêtement 51' de la figure 7. Le moyen de revêtement 51' est chauffé par un réchauffeur 52' et la fibre de coeur ci-dessus est immédiatement introduite dans le copolymère du composant de gaine à l'état fondu par un orifice 53, ainsi la fibre de coeur est continuellement enduite du composant de gaine. Alors, le produit résultant est refroidi pour obtenir une fibre optique composée 54 se composant d'un coeur 55 et d'une gaine 56 ayant 0,10 mm d'épaisseur comme le montre la figure 8. Les caractéristiques de transmission optique de la fibre optique ainsi fabriquée sont illustrées par la représentation graphique de la figure 9. Comme on peut le voir sur la figure 9, les valeurs des pertes de transmission sont respectivement de 62 dB/km à 556 nm de longueur d'onde, 58 dB/km à 566 nm et 130 dB/km à 648 nm ainsi, une fibre optique en matière plastique ayant des caractéristiques sensiblement identiques à celles d'une fibre optique en verre inorganique comprenant une gaine en matière plastique est obtenue. Par ailleurs, comme on peut le comprendre par la comparaison des caractéristiques de transmission des fibres optiques en matière plastique selon l'invention à celles, comme on peut le voir sur la figure 1, d'une fibre optique en matière plastique à faible atténuation fabriquée selon un processus traditionnel, l'augmentation de la perte due à la dispersion du côté des longueurs d'ondes plus courtes que 580 nm est à peine observée dans les fibres optiques en matière plastique selon l'invention, et elles présentent donc l'avantage que les poussières, les microvides ou analogues pouvant produire des pertes par dispersion sont remarquablement réduits.

Exemple 5.

À l'exemple 5, le pot de distillation 1 est chargé de 90 moles % de méthacrylate de méthyle et le pot de

distillation 2 est chargé de 10 moles % d'acrylate d'éthyle, et de plus chaque quantité prescrite du monomère, de l'initiateur de polymérisation et de l'agent de transfert de chaîne est transféré au récipient de polymérisation 21 à une condition de pression réduite selon un mode semblable à celui de l'exemple 1. Le nombre de poussières contenu dans le mélange résultant que l'on observe en irradiant le mélange au moyen d'un laser He-Ne est de $1/\text{cm}^3$ ou moins. Le mélange est soumis à une polymérisation en masse à 140°C pendant 10 heures tout en maintenant la condition de pression réduite, alors la température du mélange est graduellement élevée à 180°C et la polymérisation est finie à cette température pour obtenir un polymère de coeur. Par ailleurs, on ajoute 25% en poids d'un polymère de 1H, 1H, 3H-tétrafluoropropyl méthacrylate à 75% en poids d'un copolymère de 85 moles % de fluorure de vinylidène et de 15 moles % de tétrafluoroéthylène, le mélange résultant est fondu et mélangé pour obtenir une composition uniforme et transparente comme composant de gaine et la composition résultante est amenée à travers l'entrée 38 pour le matériau de la gaine. Ensuite, les températures du récipient de polymérisation 21 ainsi que de la tubulure sont maintenues à 190°C et le polymère du coeur est poussé avec de l'azote sec en réglant les pointeaux régulateurs de dépression 30 et 31 et en même temps, le matériau de la gaine est amené à travers l'entrée du matériau de la gaine, un filage double à l'état fondu est effectué par la tubulure 37 pour obtenir une fibre composée ayant des diamètres du coeur de 0,6 mm et une épaisseur de la pellicule de 0,10 mm. Les caractéristiques de transmission optique de la fibre optique résultante sont illustrées par la représentation graphique de la figure 10. Comme cela est clair sur la figure 10, il y a des fenêtres de faibles pertes aux longueurs d'ondes de 516 nm et 566 nm et en particulier, on obtient dans la fibre en matière plastique de cet exemple, en comparaison à une fibre optique en

matière plastique traditionnelle, une valeur de perte remarquablement faible de quantité d'atténuation comme 62 dB/km à 566 nm. Comme la fibre du coeur est un copolymère dans le présent exemple, on observe une certaine fixité de la valeur de perte du côté des courtes longueurs d'ondes, mais on obtient une fibre optique à faible perte ayant sensiblement des pertes équivalentes en comparaison à celles du polymère du méthacrylate de méthyle dans la fenêtre aux longueurs d'onde de 566 nm ou 648 nm.

10 Exemple 6.

Une fibre composée a été fabriquée selon le même mode qu'à la figure 4 mais en utilisant un copolymère ayant un poids moléculaire moyen en poids de 50 000, comme composant de la gaine et en préparant ce copolymère par polymérisation d'un mélange de 80 moles % de 1H, 1H, 5H-octafluoropentyl méthacrylate et de 20 moles % de 1H, 1H-trifluoroéthyl méthacrylate en l'absence d'oxygène à une condition de pression réduite de $1,333 \times 10^2$ N/m².

La fenêtre à la plus faible perte de la fibre fabriquée était à 566 nm et la quantité d'atténuation était de 60 dB/km. Par ailleurs, une fenêtre de faible perte de 135 dB/km était également observée à la longueur d'onde de 648 nm.

25 Exemple 7.

Une fibre composée a été fabriquée selon le même mode qu'à l'exemple 5 mais en employant une composition uniforme et transparente comme composant de la gaine, et en préparant cette composition par addition de 40% en poids d'un polymère de 1H, 1H-octafluoropentyl méthacrylate à 60% en poids d'un copolymère consistant en 88 moles % de fluorure de vinylidène et 12 moles % de tétrafluoroéthylène et en fondant et en mélangeant le mélange résultant.

La fenêtre de plus faible perte de la fibre optique ainsi fabriquée était à 566 nm et sa quantité d'atténuation était de 65 dB/km. De plus, une fenêtre de faible perte de 140 dB/km était également observée à la longueur d'onde

de 648 nm.

Exemple de comparaison No. 2.

5 A l'exemple 4, on utilise un polymère de 1H, 1H-trifluoroéthyl méthacrylate comme composant de la gaine et selon un mode semblable à celui de l'exemple 4, on obtient une fibre composée. Cependant, on observe un écaillage remarquable du matériau de la gaine par rapport à la fibre du coeur dans la fibre résultante, et la valeur de perte à la fenêtre de perte plus faible est supérieure à 180 dB/km.

Exemple de comparaison No. 3.

15 A l'exemple 5, un copolymère consistant en 75 moles % de fluorure de vinylidène et 25 moles % de tétrafluoroéthylène est utilisé et une fibre composée est obtenue selon un mode semblable à celui de l'exemple 4. La valeur de perte dans la fenêtre des plus faibles pertes dépasse 150 dB/km.

Exemple 8.

20 Au monomère de méthacrylate de méthyle distillé dans le dispositif de polymérisation représenté sur la figure 2, on a ajouté 10 m moles/l d'azo-tert-butane comme initiateur et 40 m moles/l de n-butyl mercaptan comme agent de transfert de chaîne, et chacun d'eux a été ajouté au moyen d'une étape de distillation. Par suite de la détection de la poussière dans le monomère au moyen d'un laser He-Ne, on n'a pu observer que des tâches de lumière comme 1 - 0,02 ou moins et 0,02 ou moins pour 10 cm du trajet optique dans la plupart des cas. Ce monomère a été suffisamment mélangé aux autres ingrédients et soumis à une polymérisation en masse à 130°C pendant 24 heures, alors la température du mélange a été graduellement élevée pour augmenter l'allure de la polymérisation jusqu'à 180°C et la polymérisation a été finie à cette température, afin d'obtenir ainsi un polymère du composant du coeur. Une partie du polymère a été extraite et la teneur en ions de métaux de transition a été mesurée, et par suite il était clair que le polymère contenait 20 ppb

de fer et 2 ppb ou moins de cobalt et de nickel. Ce polymère a été soumis à un filage à l'état fondu à 190°C pour obtenir une fibre ayant 0,90 mm de diamètre. D'une part, on a adopté une résine de silicone comme composant de la gaine. A travers un orifice, la fibre du coeur a été introduite dans la résine de silicone pour enduire continuellement la fibre du coeur du composant de la gaine, et la fibre du coeur ainsi enduite a été durcie, ainsi on a fabriqué une fibre composée ayant une structure coeur-gaine où l'épaisseur de la pellicule du composant de la gaine avait 0,10 mm. Les caractéristiques de transmission optique de la fibre optique ainsi obtenue sont illustrées par la représentation graphique de la figure 11. Comme cela est apparent sur la figure 11, les fenêtres des faibles pertes existent aux longueurs d'ondes de 520 nm, 570 nm et 650 nm respectivement et en particulier la perte est de 85 dB/km à la longueur d'onde de 520 nm ou de 570 nm.

Exemple 9.

Un polymère préparé par le même mode qu'à l'exemple 8 mais en utilisant 5 m moles/l de di-tert-butyl peroxyde comme initiateur de polymérisation, a été utilisé comme polymère du composant du coeur (la poussière dans le monomère représentant 2 - 0,02 ou moins pour 10 cm de trajet optique et la teneur en ions de métaux de transition étant de 30 ppb de fer, 5 ppb ou moins de nickel et 2 ppb ou moins de cobalt). D'une part, on a adopté un copolymère de fluorure de vinylidène et de tétrafluoroéthylène comme composant de la gaine. Par suite, on a obtenu une fibre composée ayant un diamètre du coeur de 0,65 mm et une épaisseur de la pellicule de 0,10 mm pour le composant de la gaine, en extrudant chaque polymère composant à travers un ensemble formant filière de coeur-gaine à 210°C. La fenêtre des plus faibles pertes de la fibre optique ainsi obtenue résidait à une longueur d'onde de 570 nm et la quantité d'atténuation était de 190 dB/km. De plus, une fenêtre de faible perte

de 210 dB/km a également été observée à la longueur d'onde de 650 nm.

Exemple 10.

5 A l'exemple 8, un comonomère ayant un rapport de composition azéotrope de méthacrylate de méthyle et de styrène (52 moles % de méthacrylate de méthyle et 48 moles % de styrène) a été utilisé comme composant du coeur. Par ailleurs, on a employé 5 m moles/l d'azo-tert-butane comme initiateur de polymérisation et 30 m moles/l de 10 n-butyl mercaptan comme agent de transfert de chaîne. Quand la détection de la poussière dans le comonomère a été effectuée en utilisant un laser He-Ne, elle était de 2-0,02 ou moins pour 10 cm de trajet optique. Le comonomère a été soumis à une polymérisation en masse à 120°C 15 pendant 24 heures, ensuite, la température du mélange a été graduellement élevée jusqu'à 180°C et la polymérisation a été complétée à cette température, afin d'obtenir ainsi un copolymère du composant du coeur. Une partie du copolymère a été extraite et sa teneur en ions de métaux de transition 20 a été mesurée, et par suite il était clair qu'il y avait 30 ppb de fer, 5 ppb ou moins de nickel et 2 ppb ou moins de cobalt. Ce copolymère a été soumis à un filage à l'état fondu à 180°C pour obtenir une fibre ayant 0,85 mm de diamètre. Par ailleurs, on a adopté un copolymère 25 d'éthylène-acétate de vinyle comme composant de la gaine. La fibre du coeur ainsi préparée a été introduite dans le composant de la gaine à l'état fondu à travers un orifice pour enrober continuellement la fibre du coeur au moyen du composant de la gaine, afin d'obtenir ainsi 30 une fibre composée ayant une structure coeur-gaine où l'épaisseur de la pellicule du composant de la gaine était de 0,10 mm. Les caractéristiques de transmission optique de la fibre optique ainsi obtenue sont illustrées par la représentation graphique de la figure 12. Comme 35 cela est clair sur la figure 12, il existe des fenêtres de faibles pertes aux longueurs d'ondes de 520 nm, 580 nm et 655 nm, respectivement, avec des quantités d'atténuation

photo-émettrice peu coûteuse à affichage vert jaunâtre ou rouge.

- Par ailleurs, un polymère du composant du coeur obtenu en tant que produit intermédiaire dans le procédé
- 5' de fabrication d'une fibre optique en matière plastique selon l'invention peut être utilisé comme matériau pour un trajet de guide d'onde optique et analogue, autre que dans l'utilisation des fibres optiques, et ce matériau peut être employé en le coulant ou en le
- 10 travaillant à la presse et autres, ce qui permet de fabriquer un circuit ou un trajet optique ayant de très faibles pertes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de fibres optiques en matière plastique ayant de faibles pertes en utilisant un polymère préparé à partir de méthacrylate de méthyle comme constituant principal du matériau du coeur et en formant
5 une gaine en un composé macromoléculaire synthétique ayant un indice de réfraction inférieur à celui dudit matériau du coeur, tout autour, caractérisé en ce qu'il comprend, dans un système étanche, les étapes de :

ajouter un initiateur de polymérisation et un agent
10 de transfert de chaîne par une étape de distillation dudit initiateur de polymérisation et dudit agent de transfert de chaîne, à un monomère de méthacrylate de méthyle distillé sous une condition de pression réduite, soumettre ensuite ledit monomère à une polymérisation
15 pour produire un polymère du coeur tout en maintenant ladite condition de pression réduite , et soumettre ledit polymère du coeur à un filage à l'état fondu pour former une fibre du coeur.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en
20 ce qu'un matériau de gaine en un copolymère macromoléculaire de fluor ou un mélange de polymères macromoléculaires de fluor adhère à la fibre du coeur précitée.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'un composant de la gaine précitée est un copolymère
25 consistant en un type de méthacrylate de fluoroalcoyle comme premier ingrédient et un autre type de méthacrylate de fluoroalcoyle comme second ingrédient et en ce que le poids moléculaire dudit copolymère est compris entre 20 000 et 100 000 en poids moléculaire moyen en poids.

30 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le composant de la gaine précitée est un copolymère préparé de deux types de méthacrylates de fluoroalcoyle différents en soumettant lesdits méthacrylates à une polymérisation en masse en l'absence d'oxygène.

35 5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en

ce que le composant précité de gaine adhère autour de la fibre de coeur précitée en enduisant ledit composant de gaine à l'état fondu.

5 6. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le composant de gaine précité est un mélange de polymères préparé en fondant et en mélangeant un premier ingrédient d'un polymère de méthacrylate de fluoroalcoyle d'un mélange de deux types de copolymères de méthacrylate de fluoroalcoyle différents à un second ingrédient d'un
10 copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le mélange de polymères contient 10 à 50% en poids du premier ingrédient de méthacrylate de fluoroalcoyle.

15 8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité est un initiateur de polymérisation radicalaire présentant une activité favorable à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère précité du coeur, et en ce que la polymérisation en masse est
20 effectuée à une température supérieure à ladite température de transition vitreuse dans le cas de la polymérisation du monomère de méthacrylate de méthyle.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le polymère du coeur précité après la fin de sa
25 polymérisation est amené à un dispositif de filage à l'état fondu sans abaisser la température dudit polymère à une valeur inférieure à sa température de transition vitreuse dans le cas du filage à l'état fondu dudit polymère.

30 10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité est un composé alkyl azo.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité est de
35 l'azo-tert-butane.

12. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'un composant de la gaine précitée est appliqué

à la fibre du coeur précitée en enduisant ledit composant de la gaine à l'état fondu dans le cas où l'on forme ladite gaine autour de ladite fibre du coeur.

5 13. Procédé de fabrication de fibres optiques ayant de faibles pertes consistant en un coeur et une gaine, chacun étant fait en un composé macromoléculaire synthétique, caractérisé en ce qu'il comprend, dans un système étanche, les étapes de :

10 amener un monomère formant le coeur, un initiateur de polymérisation et un modificateur du poids moléculaire dans un récipient de polymérisation (21) par une étape de distillation atmosphérique ou de distillation à pression réduite de tous lesdits ingrédients à une condition de pression réduite, et

15 soumettre ledit monomère distillé à une polymérisation en masse dans ledit récipient de polymérisation tout en maintenant ladite condition de pression réduite, afin de préparer ainsi un polymère pour ledit coeur.

20 14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le monomère précité formant le coeur, l'initiateur de polymérisation précité et le modificateur du poids moléculaire précité sont distillés séparément et ensuite les ingrédients ainsi distillés sont introduits dans le récipient de polymérisation précité .

25 15. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'au moins deux ingrédients du monomère formant le coeur précité, de l'initiateur de polymérisation précité et du modificateur du poids moléculaire précité sont distillés en condition mélangée desdits ingrédients, et
30 ensuite lesdits ingrédients ainsi distillés sont introduits dans le récipient de polymérisation précité .

16. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le monomère précité formant le coeur se compose d'un monomère principal formant le coeur et d'un sous-
35 monomère formant le coeur.

17. Procédé de fabrication de fibres optiques en matière plastique ayant de faibles pertes en utilisant

un polymère préparé à partir de méthacrylate de méthyle comme constituant principal pour le matériau du coeur, et en formant une enveloppe en un composé macromoléculaire synthétique ayant un indice de réfraction inférieur à celui dudit matériau du coeur tout autour, caractérisé en ce qu'il comprend, dans un système étanche, les étapes de :

5 ajouter un initiateur de polymérisation et un agent de transfert de chaîne à un monomère de méthacrylate de méthyle à une condition de pression réduite de façon que le nombre de poussières dans ledit monomère de méthacrylate de méthyle où ont été ajoutés ledit initiateur de polymérisation et ledit agent de transfert de chaîne soit sensiblement de 1 ou moins pour 1 mm³ en tout emplacement dans ledit monomère,

15 soumettre ledit monomère de méthacrylate de méthyle auquel ledit initiateur de polymérisation et ledit agent de transfert de chaîne ont été ajoutés, à une polymérisation en masse à une température supérieure à la température de transition vitreuse dudit polymère de méthacrylate de méthyle, afin de préparer ainsi ledit polymère tout en maintenant de plus ladite condition de pression réduite de façon que la teneur en ions de métaux de transition dans ledit polymère soit de 50 ppb ou moins pour le fer et le manganèse, 10 ppb ou moins pour le cuivre et le nickel, 5 ppb ou moins pour le chrome ou 2 ppb ou moins pour le cobalt,

25 soumettre ledit polymère à un filage à l'état fondu à une température telle que des vides ne soient pas produits, pour former une fibre de coeur, et

30 appliquer la gaine en un composé macromoléculaire synthétique et sensiblement amorphe ayant un indice de réfraction plus faible que celui de ladite fibre du coeur autour de ladite fibre.

35 18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité et l'agent de transfert de chaîne précité sont choisis dans le groupe consistant en initiateurs de polymérisation ou agents de

transfert de chaîne qui peuvent facilement être distillés à la pression atmosphérique ou réduite, et en ce que l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne choisis sont ajoutés au monomère de méthacrylate de méthyle précité par l'étape de distillation des deux ingrédients à une condition de pression réduite dans le système étanche.

19. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité et l'agent de transfert de chaîne précité sont choisis dans le groupe consistant en initiateurs de polymérisation ou agents de transfert de chaîne qui peuvent facilement être distillés sous pression atmosphérique ou réduite, l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne choisis ainsi que le monomère de méthacrylate de méthyle sont distillés sous une condition de pression réduite dans le système étanche et seules les fractions dudit initiateur de polymérisation et dudit agent de transfert de chaîne sont ajoutées au monomère de méthacrylate de méthyle ainsi distillé.

20. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que l'initiateur de polymérisation précité est un initiateur de polymérisation radicalaire présentant une activité favorable à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère.

21. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que le méthacrylate de méthyle auquel ont été ajoutés l'initiateur de polymérisation précité et l'agent de transfert de chaîne précité est soumis à une polymérisation en masse à une température supérieure à la température de transition vitreuse, et en ce que le polymère résultant est soumis à un filage à l'état fondu sans faire baisser la température dudit polymère à une valeur inférieure à la température de transition vitreuse, afin de former ainsi ladite fibre de coeur.

22. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que le matériau du coeur précité contient 50 moles %

ou plus d'une unité d'un monomère de méthacrylate de méthyle et un autre monomère dont le point d'ébullition est compris entre 80 et 160°C à la pression atmosphérique.

M I.10

2493997

FIG.1

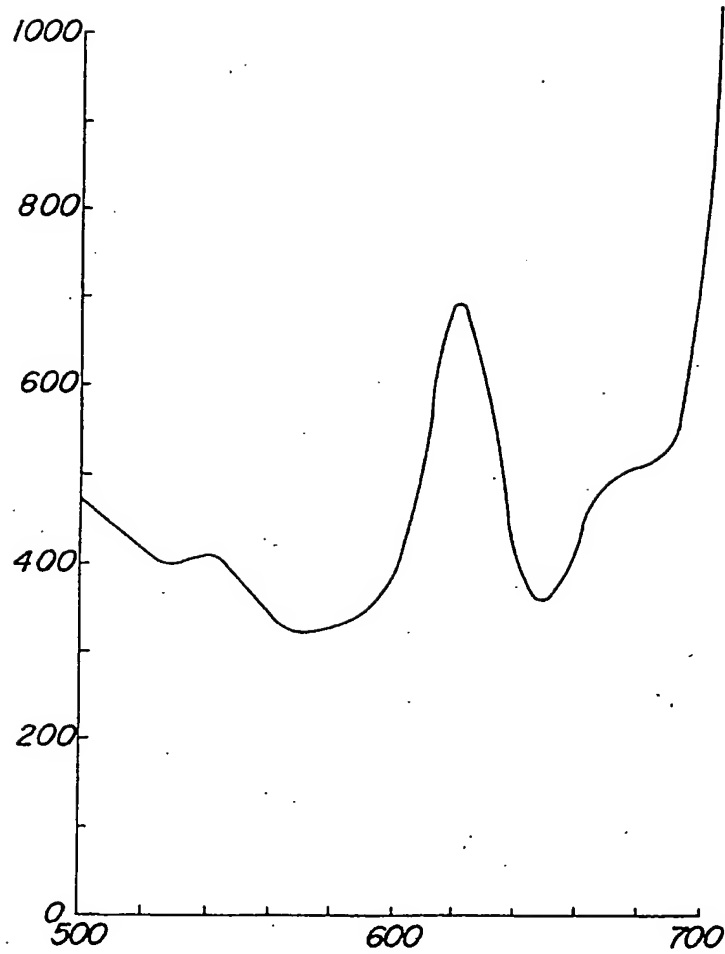


FIG.2

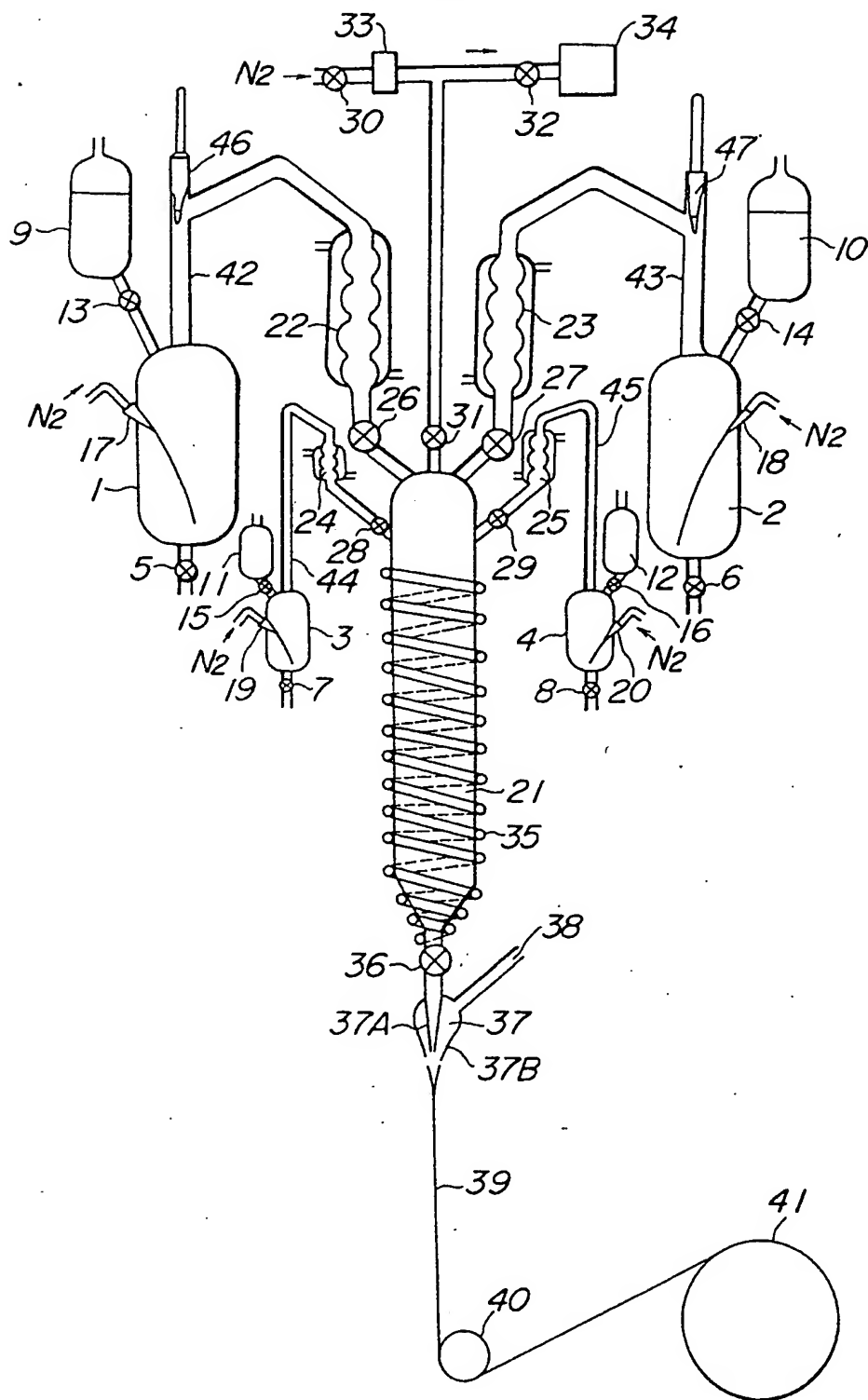
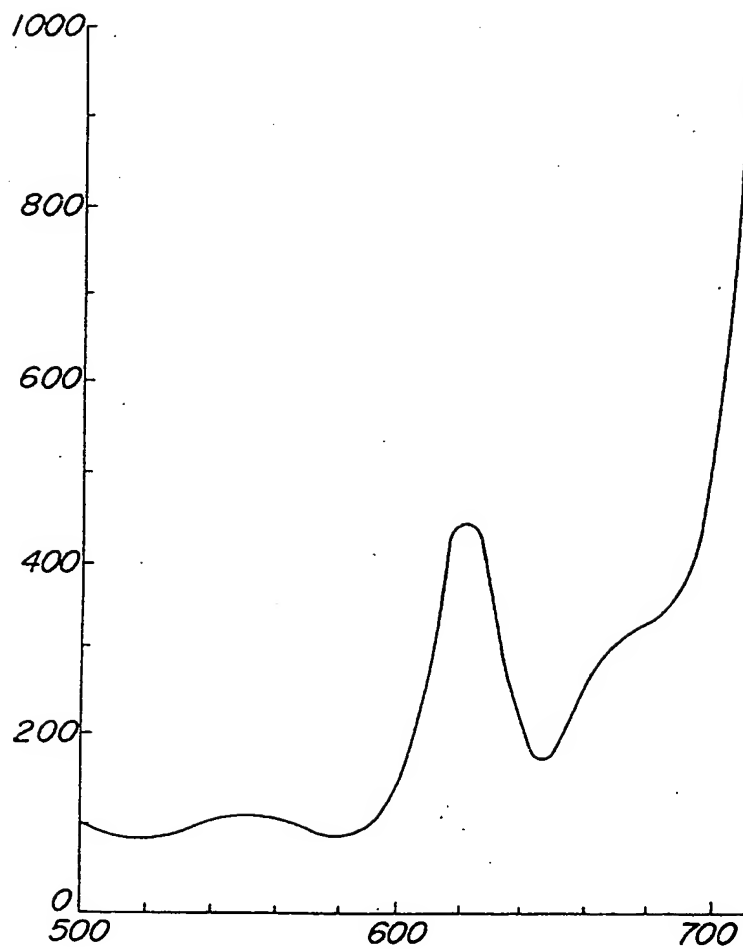


FIG. 3



PI-IV-10

2493997

FIG. 4

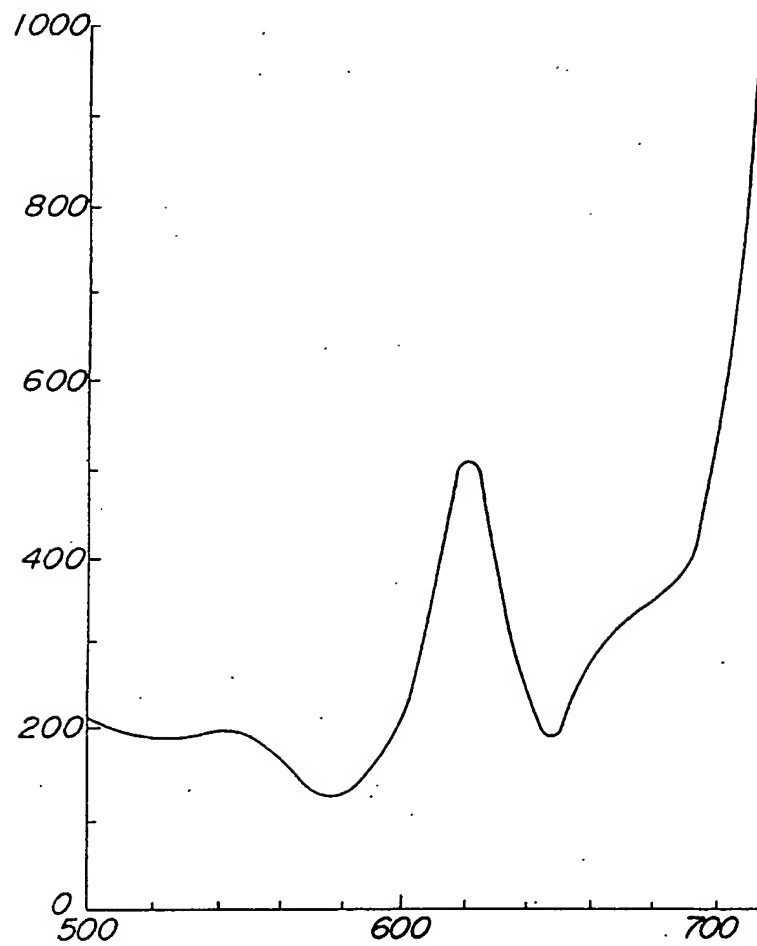


FIG. 5

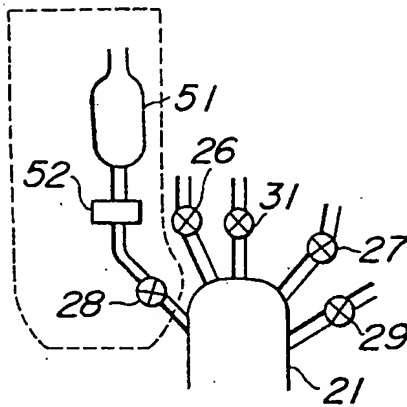


FIG. 7

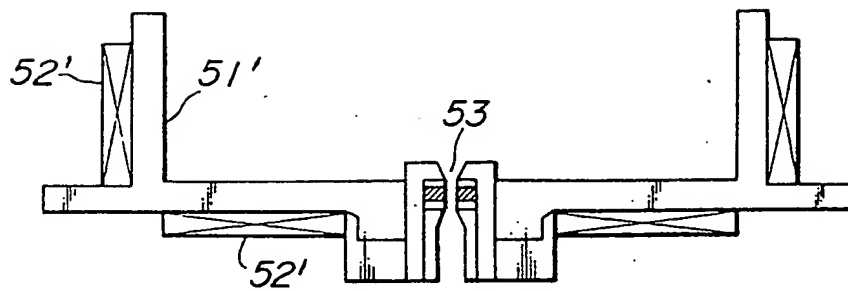


FIG. 8

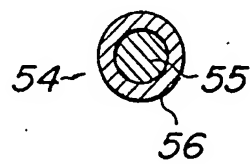


FIG. 6

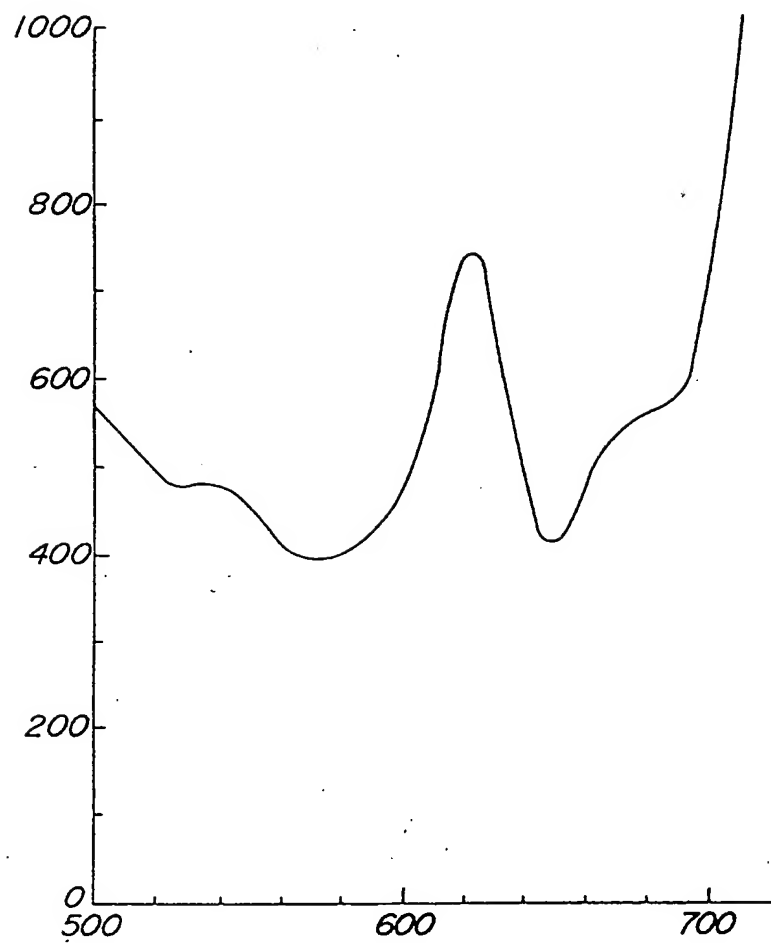


FIG. 9

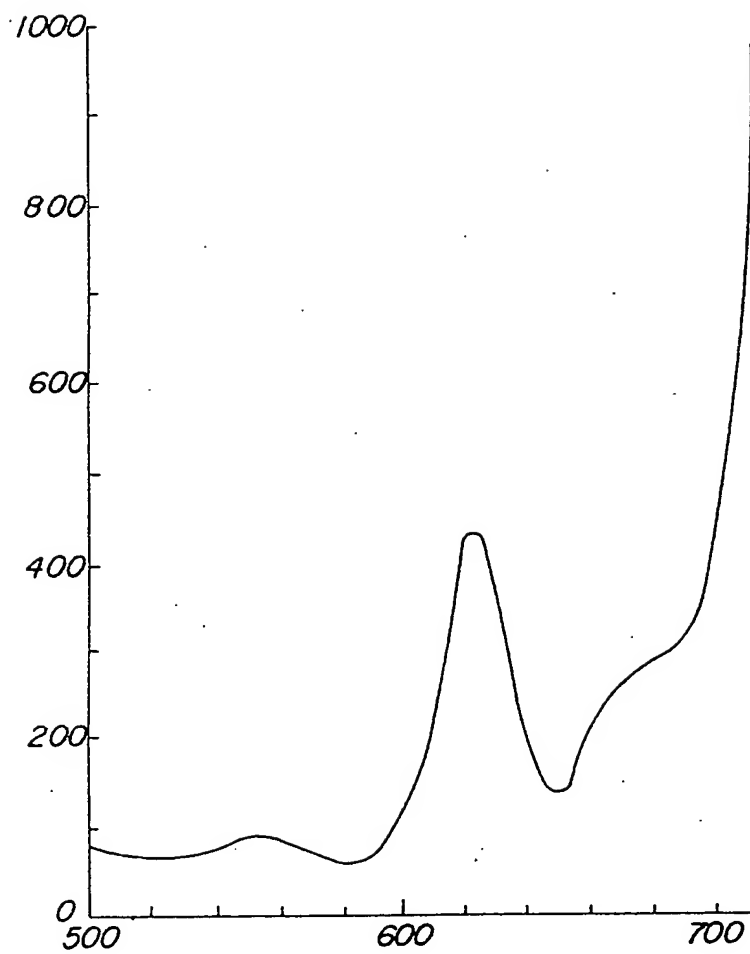
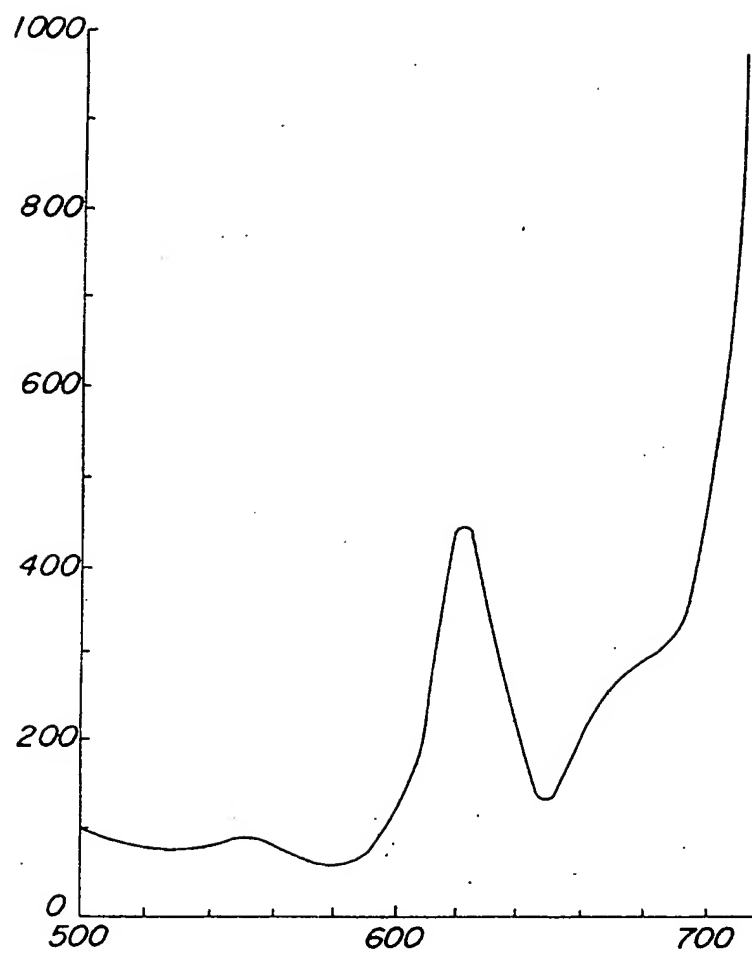


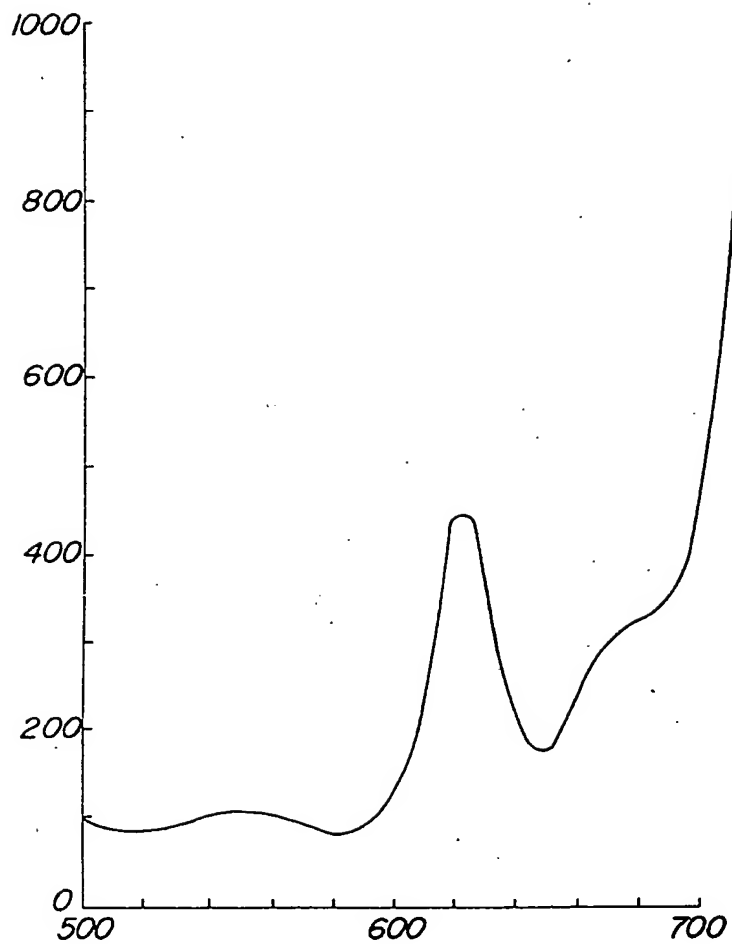
FIG. 10



PI IX.10

2493997

FIG. 11



Pl 8-10.

2493997

FIG.12

